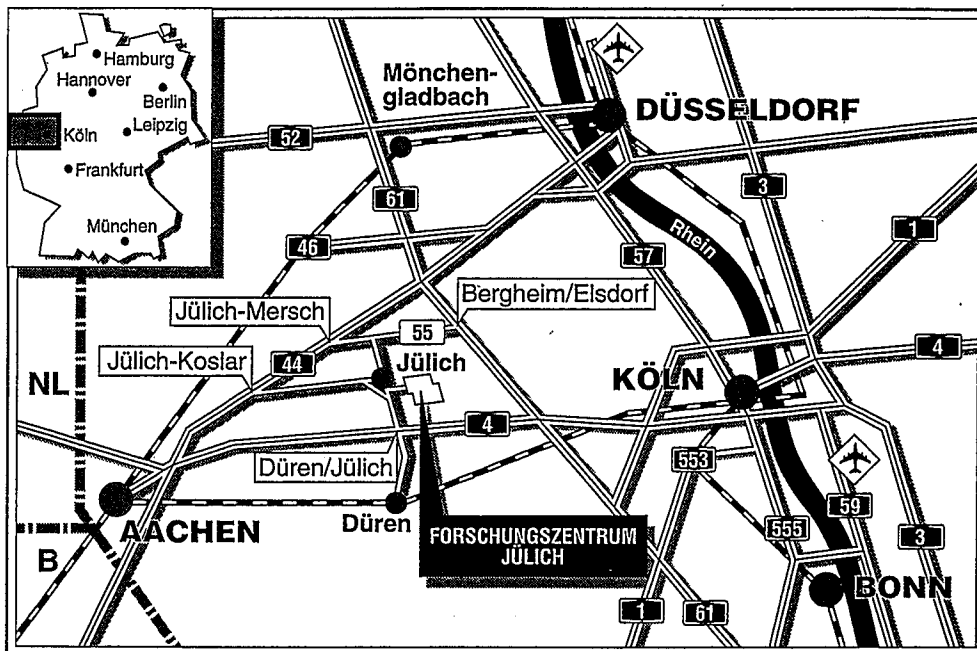


Institut für Festkörperforschung

**Entwicklung einer GaAs-
Einkristallziehapparatur nach dem
Heiß-Wand-Czochralski Verfahren**

Konstantinos Karagiannakos



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2621

ISSN 0366-0885

Institut für Festkörperforschung Jül-2621

D 82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland
Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Entwicklung einer GaAs- Einkristallziehapparatur nach dem Heiß-Wand-Czochralski Verfahren

Konstantinos Karagiannakos

Inhaltsverzeichnis

0. Kurzfassung	V
1. Einleitung	1
2. GaAs-Einkristallzüchtung	3
2.1. Wichtige Eigenschaften des Galliumarsenids und deren Anwendungsgebiete	3
2.1.1. Halbleiter-Charakter	3
2.1.2. Elektronische Eigenschaften	4
2.1.3. Optoelektronische Eigenschaften	6
2.1.4. Thermische und mechanische Eigenschaften	8
2.2. Methoden der GaAs-Einkristallzüchtung	9
2.2.1. Bridgman-Methode	10
2.2.2. Czochralski-Methode	13
2.2.2.1. LEC-Verfahren	15
2.2.2.2. Heiß-Wand-Czochralski-Verfahren	17
3. Entwicklung einer Kristallziehapparatur aus Quarzglas zur Herstellung von großdimensionierten und hochqualitativen GaAs-Einkristallen	21
3.1. Zielsetzung	21
3.2. Basis-Probleme	22
3.3. Technisches Konzept	23
3.4. Aufbau und Funktion der Anlage-Komponenten	26
3.4.1. Vertikale Glasdrehmaschine	26
3.4.1.1. Technische Daten	26
3.4.1.2. Funktion	27
3.4.2. Magnetisch gelagerte Zieh- und Drehvorrichtung	28
3.4.2.1. Prinzip einer magnetischen Lagerung für die Kristallzüchtung	28
3.4.2.2. Aufbau und Funktion	31
3.4.3. Trägervorrichtung der magnetischen Lagerung	34
3.4.3.1. Aufbau und Funktion	35
3.4.3.2. Konstruktion	38
3.4.4. Quarzglasteile	40
3.4.4.1. HSQ-Quarzglas	41
3.4.4.2. Rezipient	47
3.4.4.3. Rotor-Schutzhülle	51
3.4.5. Impfkristallhalterung	53
3.4.5.1. Aufbau und Funktion	53
3.4.5.2. Konstruktion	54
3.4.6. Ringbrenner und -halterung	55
3.4.6.1. Ringbrenner	55
3.4.6.2. Aufbau und Funktion der Ringbrennerhalterung	55
3.4.6.3. Konstruktion	58
3.4.7. Heizungen	58
3.4.7.1. Heizung des Schmelzriegels	59
3.4.7.2. Sichtheizung	59
3.4.7.3. As-Ofen	60
3.4.8. Meßwerterfassung	60

3.4.9.	Sicherheitsvorrichtungen	61
3.4.9.1.	Schutzmaßnahmen zum sicheren Betrieb der HWC-Apparatur	62
3.4.9.2.	Innere Sicherheitskapsel	64
3.4.9.3.	Äußere Sicherheitskapsel	70
3.5.	Ein- und Ausbau der Anlage	73
3.6.	Erprobung der erstellten HWC-Quarzglasapparatur in Kristallzuchtversuchen	77
3.6.1.	LEC-Versuch	78
3.6.1.1.	Versuchsdurchführung	78
3.6.1.2.	Ergebnisse und Diskussion	79
3.6.2.	HWC-Versuch	80
3.6.2.1.	Versuchsdurchführung	80
3.6.2.2.	Ergebnisse und Diskussion	81
4.	Heiz- und Kühlsystem des Dom-Bereiches der HWC-Quarzglasapparatur	83
4.1.	Problemstellung	83
4.2.	Lösungskonzept	83
4.3.	Wärmeberechnung zur Auslegung des Heiz- und Kühlsystems des Domes	87
4.3.1.	Wärmeübergang an das Kühlwasser	89
4.3.2.	Wärmeverluste des Systems	92
4.3.3.	Thermische Verhältnisse in der Kühlung	93
4.4.	Konstruktion	97
4.4.1.	Heizung	99
4.4.1.1.	Beschreibung	99
4.4.1.2.	Heizleiter	101
4.4.1.3.	Auslegung der Heizung	102
4.4.2.	Isolation	103
4.4.2.1.	Beschreibung	103
4.4.2.2.	Wärmeverluste des Systems bei der eingesetzten Isolationsplatte	104
4.4.3.	Kühlung I	105
4.4.3.1.	Beschreibung	105
4.4.3.2.	Druckverluste in der Kühlung	108
4.4.3.3.	Festigkeitsberechnung	110
4.4.4.	Kühlung II	113
4.4.4.1.	Beschreibung	113
4.4.4.2.	Druckverluste in der Kühlung	115
4.4.4.3.	Festigkeitsberechnung	117
4.4.5.	Halte- und Justiervorrichtung des Heiz- und Kühlsystems des Domes	120
4.4.5.1.	Aufbau und Funktion	120
4.4.5.2.	Konstruktion	122
4.5.	Stromversorgung der Domheizung	122
4.6.	Test des erstellten Heiz- und Kühlsystems	123
4.6.1.	Versuchsprogramm	123
4.6.2.	Untersuchung des thermischen Verhaltens des Systems	124
4.6.2.1.	Versuchsanordnung	124
4.6.2.2.	Versuchsdurchführung und -ergebnisse	126
4.6.2.3.	Auswertung – Berechnung der mittleren Wärmeleitfähigkeit des Isolierspaltes	129

4.6.3.	Test des Heiz- und Kühlsystems in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung	132
4.6.3.1.	Versuchsanordnung – Montage des Heiz- und Kühlsystems	132
4.6.3.2.	Versuchsdurchführung, –ergebnisse	134
4.7.	Diskussion	135
5.	Wärmebilanz einer HWC–Quarzglasapparatur	137
5.1.	Erwärmung der Rezipientwand infolge der Tiegelheizung	137
5.1.1.	Verteilung der auf das Quarzglas auftreffenden Strahlung	137
5.1.2.	Mittlere Erwärmung der Rezipientwand	139
5.2.	Heizleistung des GaAs–Tiegels	147
5.3.	Heizleistung des As–Ofens	150
5.4.	Heizleistung der Sichtheizung	161
5.5.	Zusammenfassung der Ergebnisse der Wärmebilanz	167
6.	Entwicklung einer HWC–Metallapparatur zur industriellen Herstellung von GaAs–Einkristallen	168
6.1.	Zielsetzung	168
6.2.	Anlagekonzept	169
6.3.	Basis–Probleme	171
6.4.	Entwurf einer HWC–Metallapparatur	172
6.5.	Komponenten–Entwicklung für die HWC–Metallapparatur	176
6.5.1.	Hydroviskose Dichtung der Trennstellen des heißen Rezipienten	177
6.5.1.1.	Prinzip	177
6.5.1.2.	Aufbau	179
6.5.1.3.	Untersuchung mit einer hydroviskosen Dichtungs–Prüfvorrichtung	183
6.5.1.4.	Demontage und Montage der mit Boroxid abgedichteten Trennstellen des Rezipienten	185
6.5.2.	Mechanische Zieh- und Drehvorrichtung	186
6.5.3.	Gasdichte Hochtemperatur–Stromdurchführung	189
6.5.3.1.	Funktionsprinzip	189
6.5.3.2.	Erprobung der Stromdurchführung	192
6.5.3.3.	Optimierte Stromdurchführung	194
6.5.4.	Hochtemperaturventil	197
6.5.4.1.	Funktionsprinzip	197
6.5.4.2.	Erprobung des Boroxid–abgedichteten Ventils	200
6.5.4.3.	Konstruktion eines Hochtemperaturventils für eine GaAs–Kristallzieh– apparatur	202
6.6.	Wärmebilanz einer GaAs–Kristallziehapparatur	204
6.7.	Werkstofffragen	214
7.	Ausblick	222
8.	Literaturverzeichnis	225
	Anhang	228

0. Kurzfassung

Das Galliumarsenid ist z.Z. aufgrund seiner strukturellen und elektrischen Eigenschaften der wichtigste Vertreter der III-V-Verbindungshalbleiter. Die zukunftssträchtesten Eigenschaften von Galliumarsenid sind:

- Die hohe Elektronenbeweglichkeit und Elektronengeschwindigkeit.
- Die direkte Aufnahme bzw. Erzeugung von Lichtsignalen.

Zur Zeit spielt Galliumarsenid eine gut ergänzende Rolle zum Silizium. Seine Anwendung beschränkt sich hauptsächlich auf Bereiche, in denen die hohen Fertigungskosten tragbar sind. GaAs-Bauelemente werden in Eingangsstufen von Hochfrequenzempfängern wie im Brennpunkt von Satellitenempfangsantennen und in Fernsehempfängern eingesetzt. Sie sind außerdem noch im Telefonnetz und im Kabelfernsehen im Einsatz. Das wichtigste Anwendungsgebiet von GaAs-Dioden ist die optische Nachrichtenübertragung. Eine weitere Anwendung von Galliumarsenid als Grundmaterial für Digitalrechner scheitert noch an den hohen Fertigungskosten, der nicht konstanten Produktqualität und dem niedrigen Integrationsgrad des GaAs-Chips.

Eine wichtige Voraussetzung für eine breitere Anwendung von Galliumarsenid in der Zukunft ist ein großtechnisches und marktfähiges Verfahren zur industriellen Herstellung von großdimensionierten, kostengünstigen GaAs-Einkristallen von hoher struktureller Perfektion und Reinheit. Die bisher eingesetzten Verfahren (horizontales Bridgman und LEC) können die Anforderungen an die Kristallqualität nicht immer erfüllen.

Die bestmögliche Kristallqualität kann nach den bisherigen Erkenntnissen auf dem Gebiet der Festkörperforschung durch die Ziehung des Kristalls aus der Schmelze nach der Czochralski-Methode erreicht werden. Dazu hat wesentlich die Erprobung der Heißwand-Czochralski Technik zur Züchtung von GaAs-Einkristallen niedriger Versetzungsdichte ($EPD = 10^2 - 10^3 \text{ cm}^{-2}$) und hoher Reinheit mit Hilfe einer labormaßstäblichen Gremmelmaier-Apparatur im IFF des Forschungszentrums Jülich beigetragen. Dabei wird die Aufrechterhaltung der Stöchiometrie in der Schmelze und im Kristall durch die Anwesenheit einer As-Gleichgewichtsatmosphäre erzielt, die das Abdampfen des Arsens aus der GaAs-Schmelze ständig ausgleicht. Die B_2O_3 -Schmelze, die als As-Dampfsperre beim LEC-Verfahren wirkt, entfällt. Zur Aufrechterhaltung des erforderlichen As-Dampfdruckes muß der gesamte Kristallzuchtraum (Rezipient) über die zum Aufbau dieses Druckes erforderliche Temperatur der As-Quelle beheizt werden. Die Gleichgewichtsbedingungen für reines Arsen über einer stöchiometrischen GaAs-Schmelze wurden experimentell bei $p(\text{As}) = 2,0 \text{ bar}$ und $T(\text{As}) = 653 \text{ }^\circ\text{C}$ bestimmt.

Angesichts einer industriellen Anwendung des HWC-Verfahrens ist die systematische Durchführung einer Reihe von Forschungs- und Entwicklungsschritten erforderlich:

- Die Einsatzfähigkeit des HWC-Verfahrens soll für die Herstellung von großdimensionierten GaAs-Einkristallen (Durchmesser 3 Zoll), die gleichzeitig eine möglichst niedrige Versetzungsdichte ($EPD \leq 10^2 - 10^3 \text{ cm}^{-2}$) und eine hohe Reinheit aufweisen, untersucht werden. Ferner sollte der Einfluß der Parameter des Kristallzuchtprozesses auf die physikalischen Eigenschaften der Kristalle behandelt werden. Insbesondere ist der Einfluß des As-Dampfdruckes auf die Stöchiometrie der Schmelze bzw. des Kristalls und dadurch die Abhängigkeit der Kristalleigenschaften von der Stöchiometrie zu untersuchen. Dazu sollte eine geeignete Kristallziehapparatur als Versuchsanlage entwickelt werden.
- Entwicklung einer Produktionsanlage in industriellen Maßstäben.

Die technische Realisierung einer GaAs-Kristallziehapparatur setzt die Lösung einer Vielfalt von technischen Problemen voraus, die durch die herrschenden Bedingungen (korrosive As-Atmosphäre, hohe Betriebstemperatur 700 °C) entstehen. Zusammenfassend sind folgende grundsätzlichen Fragen zu klären:

- Korrosionsbeständiger und hochwarmfester Werkstoff für den Rezipient und seine Komponenten.
- Geeignete Dichtungen, so daß der Rezipient eine ausreichende Dichtheit aufweist. Die erwünschte integrale Leckrate liegt bei $10^{-5} - 10^{-6} \frac{\text{mbar} \cdot \text{lit}}{\text{sec}}$.
- Druckfestigkeit des Rezipienten bei 700 °C für einen inneren Überdruck von mind. $p = 3 \text{ bar}$.
- Genaue Einstellung des erforderlichen As-Dampfdruckes über die Temperatur der As-Quelle. Die Steuerung des As-Ofens soll nach dem durch ein geeignetes Druckmeßsystem erfaßten As-Dampfdruck im Rezipient erfolgen.
- Beherrschung der verschiedenen Temperaturfelder, die zur optimalen Prozeßführung erforderlich sind. Die Temperatur der Rezipientwand soll bei 700 °C liegen. Parallel muß eine zur unzulässigen Werkstoffermüdung und Überlastung der Heizkreise führende Überhitzung des Rezipienten vermieden werden. Dazu ist die Entwicklung eines geeigneten Temperaturmeßsystems sowie des entsprechenden Regelsystems zur optimalen Steuerung der Heizkreise in Abhängigkeit vom Prozeßablauf erforderlich.
- Hub- und Drehvorrichtung der Ziehelle. Diese soll einen möglichst erschütterungsfreien Lauf des wachsenden Kristalls gewährleisten.
- Einwandfreie Optik zur Überwachung des Ziehvorganges.
- Ausreichende Sicherheitsmaßnahmen zum Schutz vor einem As-Austreten aus dem Rezipient, z.B. bei einem Ausfall der Dichtungen.
- Handhabung und Zugänglichkeit.

Von entscheidender Bedeutung für die erstellte Versuchsapparatur war die Auswahl eines geeigneten Werkstoffs für den Rezipient. Aufgrund des Mangels an geeigneten metallischen Werkstoffen in der Zeit der Anlageerstellung fiel die Entscheidung für das bei der Gremmelmaier-Apparatur eingesetzte Quarzglas. Das Quarzglas erfüllt ausreichend wichtige Anforderungen der GaAs-Kristallzüchtung:

- Arsen- und Hochtemperaturbeständigkeit,
- Reinheit,
- gute optische Durchlässigkeit im infraroten Spektralbereich.

Bei einem vollständig durch Abschmelzen verschlossenen Quarzglas-Rezipient kann auf hochtemperaturempfindliche und korrosionsanfällige Durchführungen und Dichtungen verzichtet werden. Dadurch kann eine hohe Dichtheit erreicht werden. Metallische Teile, die sich innerhalb des Kristallzuchtraums befinden, werden zum Arsenschutz ebenfalls in Quarzglas eingeschmolzen. Gleichzeitig müssen die Nachteile des Quarzglases – Bruchgefahr, problematische Handhabung – im Kauf genommen werden.

Die Zusammenstellung der erstellten HWC-Quarzglasapparatur wird in Abb. I dargestellt. Das Prinzip der Apparatur basiert auf der labormaßstäblichen Gremmelmaier-Apparatur, die im IFF für GaAs-Zuchtversuche im Einsatz ist.

Die Größe dieser Apparatur wurde durch die Kristallabmessungen (Durchmesser 3 Zoll, Länge 400 mm) bedingt. Für den Quarzglas-Rezipient ergibt sich eine gesamte Länge von ca. 2 m. Er besteht aus zwei rohrförmigen Teilen, die vor jedem Versuch nach Beendigung aller Vorbereitungen im eingespannten Zustand zusammengeschmolzen werden. In der eingespannten Lage bleibt der Rezipient bis zu seiner Öffnung nach der Beendigung des Zuchtprozesses, um den gewachsenen Kristall zu entfernen und die Apparatur neu zu beladen. Für das Einspannen, Zusammenschmelzen und Auftrennen der beiden großen Rezipiententeile ist eine vertikale Glasdrehmaschine erforderlich, die das Grundgestell der Anlage darstellt.

Durch eine im IGV des Forschungszentrums Jülich entwickelte magnetische Zieh- und Drehvorrichtung erfolgt die berührungslose schwingungsarme Lagerung der Ziehwellen. Die Ziehwellen bestehen aus dem magnetisch angekoppelten Rotor und die an ihm angeschlossene Kristallhalterung mit dem wachsenden Kristall. Der Rotor wird zum Arsenschutz in einer Quarzglashülle eingeschmolzen. Die berührungslose Lagerung der Ziehwellen bewirkt einen reibungsfreien Lauf, so daß das Kristallwachstum störende Erschütterungen und Schwingungen weitgehend vermieden werden. Darüberhinaus ermöglicht dieses Magnetlagersystem über die Ermittlung der Gewichtsänderung des wachsenden Kristalls die automatische Regelung des Durchmesserlaufs.

Zur Halterung und Justierung des Stators der magnetischen Lagerung dient eine spezielle Trägervorrichtung. Diese wird an einem vertikal bewegbaren Maschinensupport der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen. Der fein einstellbare Vorschub des

Maschinensupports bewirkt die vertikale Bewegung des Lagerstators und damit den erforderlichen Hub der angekoppelten Ziehwellen.

In dem Ringspalt zwischen Lagerstator und Rezipientwand liegt ein speziell entwickeltes Heiz- und Kühlsystem zur Aufrechterhaltung der Betriebsbedingungen im gesamten 1 m langen Dom-Bereich der Apparatur – oberhalb der Rohr-Übergangsstelle des Rezipienten. Dieses System erfüllt folgende Anforderungen:

- Temperierung des gesamten Dom-Bereiches der Apparatur auf die HWC-Betriebstemperatur von 700 °C während des Kristallzuchtprozesses.
- Aufnehmen der gesamten nach außen übertragenen Wärme zum Schutz vor einer Überhitzung der Statorelemente und zum Vermeiden eines Temperaturdrifts der Regelungselemente der magnetischen Lagerung. Die Regelungselemente der magnetischen Lagerung wurden für den Bereich von 15 – 25 °C optimiert.
- Radialer Aufbau des gesamten Heiz- und Kühlsystems des Domes innerhalb eines 12 mm breiten Ringspaltes.
- Das Heiz- und Kühlsystem besteht aus nicht magnetisierbaren Materialien, um eine Störung der über den Ringspalt wirkenden Magnetfelder zu vermeiden.

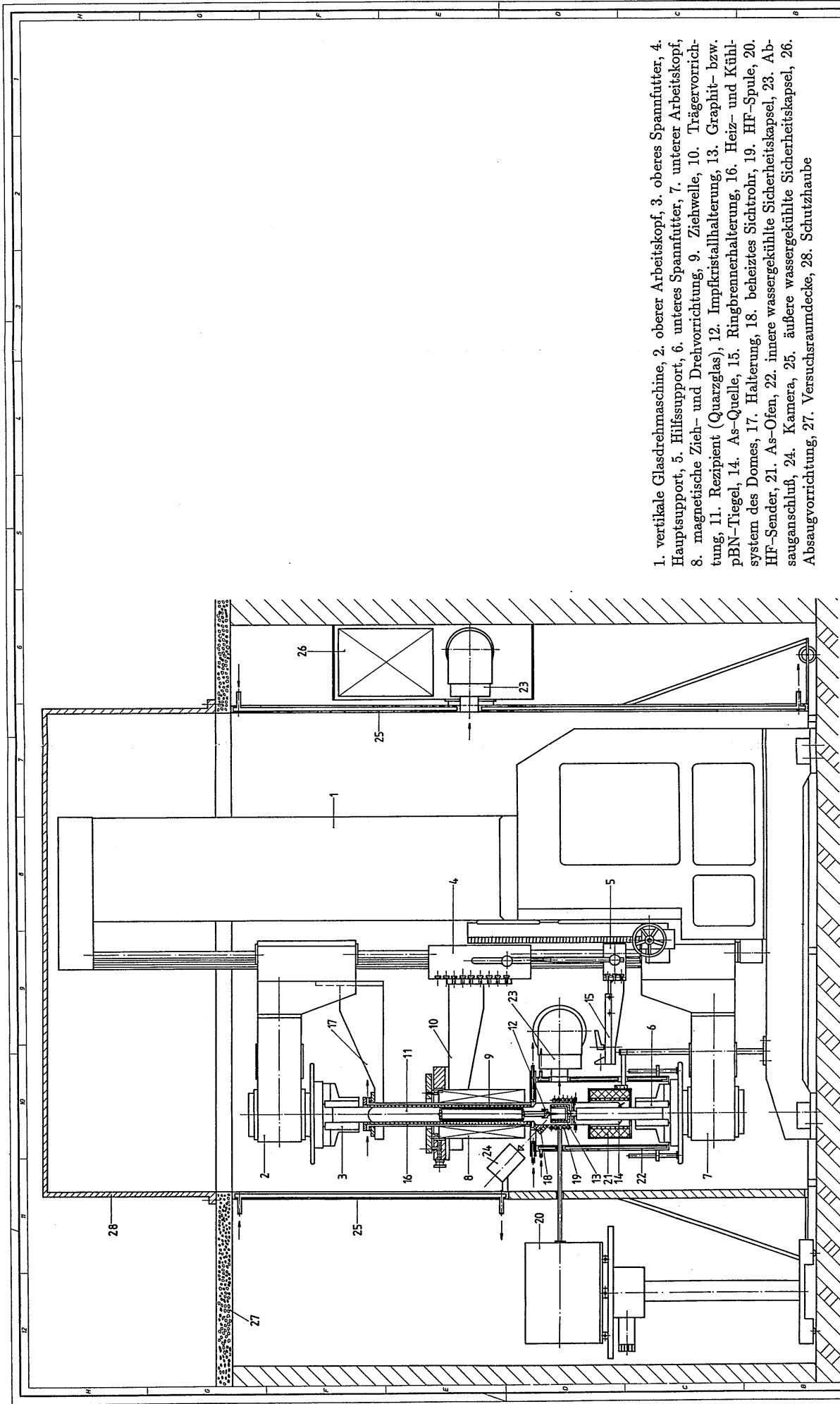
Die Zusammenstellung des erstellten Heiz- und Kühlsystems des Domes wird in Abb. II dargestellt. Das System besteht aus einem Widerstandsheizler, einer Isolationsschicht und einem wassergekühlten Außenmantel.

Das Heizelement besteht aus einem Edelstahlrohr, in dessen mantelfläche Nuten angebracht werden. In den Nuten werden Miniatur-Heizleiter eingelötet. Die Heizleiter werden auf den Heizmantel bifilar angeordnet, so daß sich die bei ihnen aufgrund des durchfließenden Stromes erzeugten Magnetfelder gegenseitig aufheben.

Zur Reduzierung des nach außen radial übertragenen Wärmestromes wird eine Hochtemperaturisolation aus einem $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Gemisch eingesetzt. Der nicht vermeidbare nach außen gerichtete Wärmestrom wird durch einen wasserdurchströmten Kühlmantel aufgefangen. Dazu wurden zwei Variationen entwickelt:

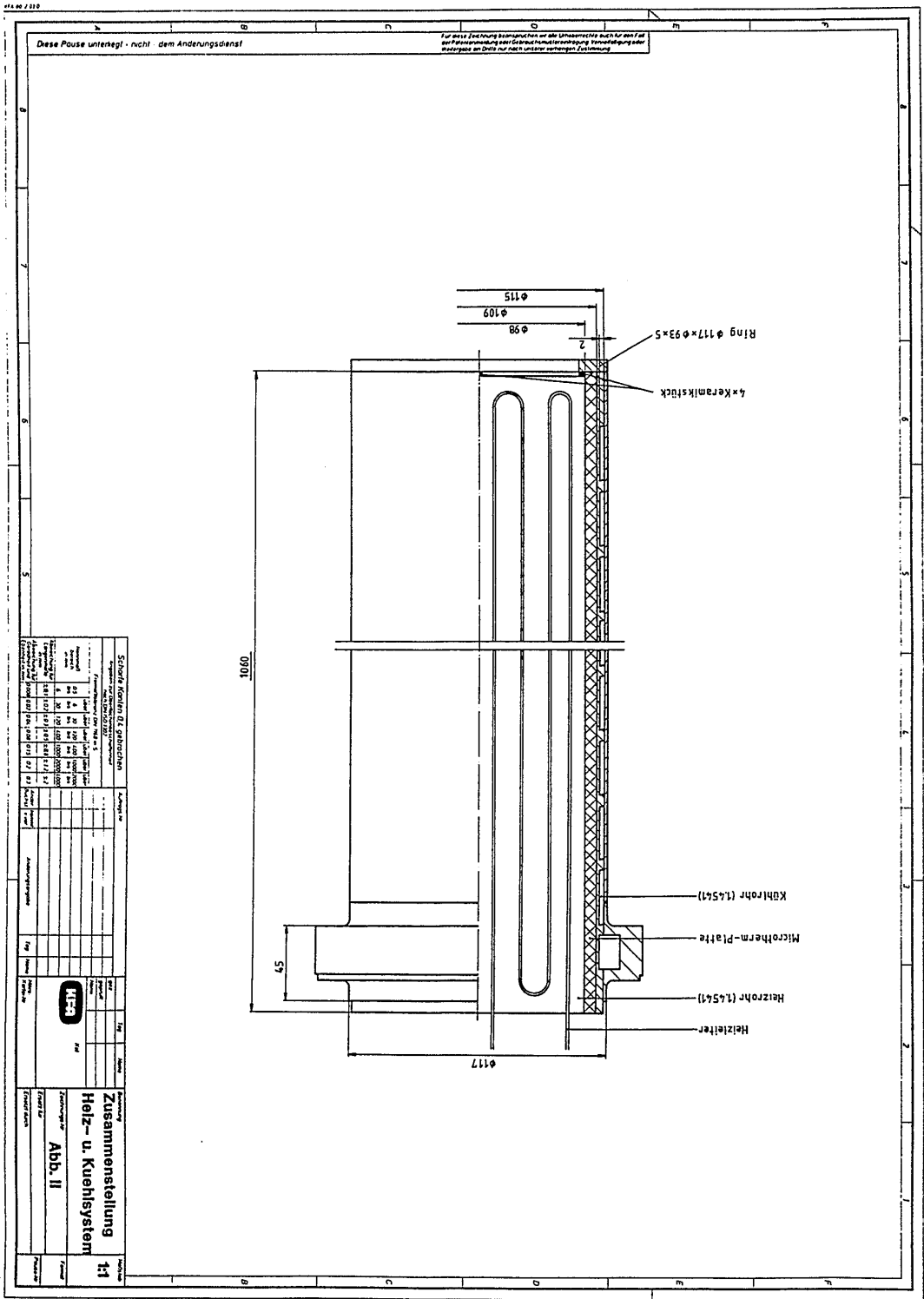
- Version I. Die Kühlung besteht aus bifilar angeordneten Kühlkanälen, deren Verlauf einem zweigängigen Gewinde ähnlich ist.
- Version II. Sie besteht aus axial verlaufenden Kühlkanälen, die gleichmäßig um den Umfang des Kühlrohres verteilt werden.

Die GaAs-Schmelze befindet sich in einem dünnwandigen pBN (pyrolytisches Bornitrit)-Tiegel, der seinerseits innerhalb eines dickwandigen Graphit-Tiegels eingesetzt wird. Die Schmelze wird durch eine das Quarzglasrohr umgebende Hochfrequenzspule beheizt, wobei der ruhende Graphittiegel als Suszeptor dient.



1. vertikale Glasdrehmaschine, 2. oberer Arbeitskopf, 3. oberes Spannfüter, 4. Hauptsupport, 5. Hilssupport, 6. unteres Spannfüter, 7. unterer Arbeitskopf, 8. magnetische Zieh- und Drehvorrichtung, 9. Ziehelle, 10. Trägervorrichtung, 11. Rezipient (Quarzglas), 12. Impfkristallhalterung, 13. Graphit- bzw. pBN-Tiegel, 14. As-Quelle, 15. Ringbrennerhalterung, 16. Heiz- und Kühlsystem des Domes, 17. Halterung, 18. beheiztes Sichtrohr, 19. HF-Spule, 20. HF-Sender, 21. As-Ofen, 22. innere wassergekühlte Sicherheitskapsel, 23. Absauganschluß, 24. Kamera, 25. äußere wassergekühlte Sicherheitskapsel, 26. Absaugvorrichtung, 27. Versuchsraumdecke, 28. Schutzhaube

Auftrags-Nr.		Erstellung		Name		Abbildung																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																									
grz	spez	Tag	Monat	Tag	Monat	Tag	Monat																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																								
Scharfe Kanten 0,4 gebrochen				Zusammenstellung der HWC-Anlage																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																											
Angaben zur Oberflächeneigenschaft nach DIN ISO 1302				Formel																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																											
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,5</td> <td>6</td> <td>20</td> <td>120</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>12</td> <td>40</td> <td>240</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>24</td> <td>80</td> <td>480</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>48</td> <td>160</td> <td>960</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>96</td> <td>320</td> <td>1920</td> </tr> <tr> <td>16</td> <td>192</td> <td>640</td> <td>3840</td> </tr> <tr> <td>32</td> <td>384</td> <td>1280</td> <td>7680</td> </tr> <tr> <td>64</td> <td>768</td> <td>2560</td> <td>15360</td> </tr> <tr> <td>128</td> <td>1536</td> <td>5120</td> <td>30720</td> </tr> <tr> <td>256</td> <td>3072</td> <td>10240</td> <td>61440</td> </tr> <tr> <td>512</td> <td>6144</td> <td>20480</td> <td>122880</td> </tr> <tr> <td>1024</td> <td>12288</td> <td>40960</td> <td>245760</td> </tr> <tr> <td>2048</td> <td>24576</td> <td>81920</td> <td>491520</td> </tr> <tr> <td>4096</td> <td>49152</td> <td>163840</td> <td>983040</td> </tr> <tr> <td>8192</td> <td>98304</td> <td>327680</td> <td>1966080</td> </tr> <tr> <td>16384</td> <td>196608</td> <td>655360</td> <td>3932160</td> </tr> <tr> <td>32768</td> <td>393216</td> <td>1310720</td> <td>7864320</td> </tr> <tr> <td>65536</td> <td>786432</td> <td>2621440</td> <td>15728640</td> </tr> <tr> <td>131072</td> <td>1572864</td> <td>5242880</td> <td>31457280</td> </tr> <tr> <td>262144</td> <td>3145728</td> <td>10485760</td> <td>62914560</td> </tr> <tr> <td>524288</td> <td>6291456</td> <td>20971520</td> <td>125829120</td> </tr> <tr> <td>1048576</td> <td>12582912</td> <td>41943040</td> <td>251658240</td> </tr> <tr> <td>2097152</td> <td>25165824</td> <td>83886080</td> <td>503316480</td> </tr> <tr> <td>4194304</td> <td>50331648</td> <td>167772160</td> <td>1006632960</td> </tr> <tr> <td>8388608</td> <td>100663296</td> <td>335544320</td> <td>2013265920</td> </tr> <tr> <td>16777216</td> <td>201326592</td> <td>671088640</td> <td>4026531840</td> </tr> <tr> <td>33554432</td> <td>402653184</td> <td>1342177280</td> <td>8053063680</td> </tr> <tr> <td>67108864</td> <td>805306368</td> <td>2684354560</td> <td>16106127360</td> </tr> <tr> <td>134217728</td> <td>1610612736</td> <td>5368709120</td> <td>32212254720</td> </tr> <tr> <td>268435456</td> <td>3221225472</td> <td>10737418240</td> <td>64424509440</td> </tr> <tr> <td>536870912</td> <td>6442450944</td> <td>21474836480</td> <td>128849018880</td> </tr> <tr> <td>1073741824</td> <td>12884901888</td> <td>42949672960</td> <td>257698037760</td> </tr> <tr> <td>2147483648</td> <td>25769803776</td> <td>85899345920</td> <td>515396075520</td> </tr> <tr> <td>4294967296</td> <td>51539607552</td> <td>171798691840</td> <td>1030792151040</td> </tr> <tr> <td>8589934592</td> <td>103079215104</td> <td>343597383680</td> <td>2061584302080</td> </tr> <tr> <td>17179869184</td> <td>206158430208</td> <td>687194767360</td> <td>4123168604160</td> </tr> <tr> <td>34359738368</td> <td>412316860416</td> <td>1374389534720</td> <td>8246337208320</td> </tr> <tr> <td>68719476736</td> <td>824633720832</td> <td>2748779069440</td> <td>16492674416640</td> </tr> <tr> <td>137438953472</td> <td>1649267441664</td> <td>5497558138880</td> <td>32985348833280</td> </tr> <tr> <td>274877906944</td> <td>3298534883328</td> <td>10995116277760</td> <td>65970697666560</td> </tr> <tr> <td>549755813888</td> <td>6597069766656</td> <td>21990232555520</td> <td>131941395333120</td> </tr> <tr> <td>1099511627776</td> <td>13194139533312</td> <td>43980465111040</td> <td>263882790666240</td> </tr> <tr> <td>2199023255552</td> <td>26388279066624</td> <td>87960930222080</td> <td>527765581332480</td> </tr> <tr> <td>4398046511104</td> <td>52776558133248</td> <td>175921860444160</td> <td>1055531162664960</td> </tr> <tr> <td>8796093022208</td> <td>105553116266496</td> <td>351843720888320</td> <td>2111062325329920</td> </tr> <tr> <td>17592186044416</td> <td>211106232532992</td> <td>703687441776640</td> <td>4222124650659840</td> </tr> <tr> <td>35184372088832</td> <td>422212465065984</td> <td>1407374883553280</td> <td>8444249301319680</td> </tr> <tr> <td>70368744177664</td> <td>844424930131968</td> <td>2814749767106560</td> <td>16888498602639360</td> </tr> <tr> <td>140737488355328</td> <td>1688849860263936</td> <td>5629499534213120</td> <td>33776997205278720</td> </tr> <tr> <td>281474976710656</td> <td>3377699720527872</td> <td>11258999068426240</td> <td>67553994410557440</td> </tr> <tr> <td>562949953421312</td> <td>6755399441055744</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> <tr> <td>1125899906842624</td> <td>13510798882111488</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> </tbody> </table>				Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	0,5	6	20	120	1	12	40	240	2	24	80	480	4	48	160	960	8	96	320	1920	16	192	640	3840	32	384	1280	7680	64	768	2560	15360	128	1536	5120	30720	256	3072	10240	61440	512	6144	20480	122880	1024	12288	40960	245760	2048	24576	81920	491520	4096	49152	163840	983040	8192	98304	327680	1966080	16384	196608	655360	3932160	32768	393216	1310720	7864320	65536	786432	2621440	15728640	131072	1572864	5242880	31457280	262144	3145728	10485760	62914560	524288	6291456	20971520	125829120	1048576	12582912	41943040	251658240	2097152	25165824	83886080	503316480	4194304	50331648	167772160	1006632960	8388608	100663296	335544320	2013265920	16777216	201326592	671088640	4026531840	33554432	402653184	1342177280	8053063680	67108864	805306368	2684354560	16106127360	134217728	1610612736	5368709120	32212254720	268435456	3221225472	10737418240	64424509440	536870912	6442450944	21474836480	128849018880	1073741824	12884901888	42949672960	257698037760	2147483648	25769803776	85899345920	515396075520	4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040	8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080	17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160	34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320	68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640	137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280	274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560	549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120	1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240	2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480	4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960	8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920	17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840	35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680	70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360	140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720	281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440	562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880	1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,5</td> <td>6</td> <td>20</td> <td>120</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>12</td> <td>40</td> <td>240</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>24</td> <td>80</td> <td>480</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>48</td> <td>160</td> <td>960</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>96</td> <td>320</td> <td>1920</td> </tr> <tr> <td>16</td> <td>192</td> <td>640</td> <td>3840</td> </tr> <tr> <td>32</td> <td>384</td> <td>1280</td> <td>7680</td> </tr> <tr> <td>64</td> <td>768</td> <td>2560</td> <td>15360</td> </tr> <tr> <td>128</td> <td>1536</td> <td>5120</td> <td>30720</td> </tr> <tr> <td>256</td> <td>3072</td> <td>10240</td> <td>61440</td> </tr> <tr> <td>512</td> <td>6144</td> <td>20480</td> <td>122880</td> </tr> <tr> <td>1024</td> <td>12288</td> <td>40960</td> <td>245760</td> </tr> <tr> <td>2048</td> <td>24576</td> <td>81920</td> <td>491520</td> </tr> <tr> <td>4096</td> <td>49152</td> <td>163840</td> <td>983040</td> </tr> <tr> <td>8192</td> <td>98304</td> <td>327680</td> <td>1966080</td> </tr> <tr> <td>16384</td> <td>196608</td> <td>655360</td> <td>3932160</td> </tr> <tr> <td>32768</td> <td>393216</td> <td>1310720</td> <td>7864320</td> </tr> <tr> <td>65536</td> <td>786432</td> <td>2621440</td> <td>15728640</td> </tr> <tr> <td>131072</td> <td>1572864</td> <td>5242880</td> <td>31457280</td> </tr> <tr> <td>262144</td> <td>3145728</td> <td>10485760</td> <td>62914560</td> </tr> <tr> <td>524288</td> <td>6291456</td> <td>20971520</td> <td>125829120</td> </tr> <tr> <td>1048576</td> <td>12582912</td> <td>41943040</td> <td>251658240</td> </tr> <tr> <td>2097152</td> <td>25165824</td> <td>83886080</td> <td>503316480</td> </tr> <tr> <td>4194304</td> <td>50331648</td> <td>167772160</td> <td>1006632960</td> </tr> <tr> <td>8388608</td> <td>100663296</td> <td>335544320</td> <td>2013265920</td> </tr> <tr> <td>16777216</td> <td>201326592</td> <td>671088640</td> <td>4026531840</td> </tr> <tr> <td>33554432</td> <td>402653184</td> <td>1342177280</td> <td>8053063680</td> </tr> <tr> <td>67108864</td> <td>805306368</td> <td>2684354560</td> <td>16106127360</td> </tr> <tr> <td>134217728</td> <td>1610612736</td> <td>5368709120</td> <td>32212254720</td> </tr> <tr> <td>268435456</td> <td>3221225472</td> <td>10737418240</td> <td>64424509440</td> </tr> <tr> <td>536870912</td> <td>6442450944</td> <td>21474836480</td> <td>128849018880</td> </tr> <tr> <td>1073741824</td> <td>12884901888</td> <td>42949672960</td> <td>257698037760</td> </tr> <tr> <td>2147483648</td> <td>25769803776</td> <td>85899345920</td> <td>515396075520</td> </tr> <tr> <td>4294967296</td> <td>51539607552</td> <td>171798691840</td> <td>1030792151040</td> </tr> <tr> <td>8589934592</td> <td>103079215104</td> <td>343597383680</td> <td>2061584302080</td> </tr> <tr> <td>17179869184</td> <td>206158430208</td> <td>687194767360</td> <td>4123168604160</td> </tr> <tr> <td>34359738368</td> <td>412316860416</td> <td>1374389534720</td> <td>8246337208320</td> </tr> <tr> <td>68719476736</td> <td>824633720832</td> <td>2748779069440</td> <td>16492674416640</td> </tr> <tr> <td>137438953472</td> <td>1649267441664</td> <td>5497558138880</td> <td>32985348833280</td> </tr> <tr> <td>274877906944</td> <td>3298534883328</td> <td>10995116277760</td> <td>65970697666560</td> </tr> <tr> <td>549755813888</td> <td>6597069766656</td> <td>21990232555520</td> <td>131941395333120</td> </tr> <tr> <td>1099511627776</td> <td>13194139533312</td> <td>43980465111040</td> <td>263882790666240</td> </tr> <tr> <td>2199023255552</td> <td>26388279066624</td> <td>87960930222080</td> <td>527765581332480</td> </tr> <tr> <td>4398046511104</td> <td>52776558133248</td> <td>175921860444160</td> <td>1055531162664960</td> </tr> <tr> <td>8796093022208</td> <td>105553116266496</td> <td>351843720888320</td> <td>2111062325329920</td> </tr> <tr> <td>17592186044416</td> <td>211106232532992</td> <td>703687441776640</td> <td>4222124650659840</td> </tr> <tr> <td>35184372088832</td> <td>422212465065984</td> <td>1407374883553280</td> <td>8444249301319680</td> </tr> <tr> <td>70368744177664</td> <td>844424930131968</td> <td>2814749767106560</td> <td>16888498602639360</td> </tr> <tr> <td>140737488355328</td> <td>1688849860263936</td> <td>5629499534213120</td> <td>33776997205278720</td> </tr> <tr> <td>281474976710656</td> <td>3377699720527872</td> <td>11258999068426240</td> <td>67553994410557440</td> </tr> <tr> <td>562949953421312</td> <td>6755399441055744</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> <tr> <td>1125899906842624</td> <td>13510798882111488</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> </tbody> </table>				Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	0,5	6	20	120	1	12	40	240	2	24	80	480	4	48	160	960	8	96	320	1920	16	192	640	3840	32	384	1280	7680	64	768	2560	15360	128	1536	5120	30720	256	3072	10240	61440	512	6144	20480	122880	1024	12288	40960	245760	2048	24576	81920	491520	4096	49152	163840	983040	8192	98304	327680	1966080	16384	196608	655360	3932160	32768	393216	1310720	7864320	65536	786432	2621440	15728640	131072	1572864	5242880	31457280	262144	3145728	10485760	62914560	524288	6291456	20971520	125829120	1048576	12582912	41943040	251658240	2097152	25165824	83886080	503316480	4194304	50331648	167772160	1006632960	8388608	100663296	335544320	2013265920	16777216	201326592	671088640	4026531840	33554432	402653184	1342177280	8053063680	67108864	805306368	2684354560	16106127360	134217728	1610612736	5368709120	32212254720	268435456	3221225472	10737418240	64424509440	536870912	6442450944	21474836480	128849018880	1073741824	12884901888	42949672960	257698037760	2147483648	25769803776	85899345920	515396075520	4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040	8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080	17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160	34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320	68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640	137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280	274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560	549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120	1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240	2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480	4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960	8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920	17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840	35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680	70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360	140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720	281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440	562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880	1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880
Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
0,5	6	20	120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1	12	40	240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2	24	80	480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4	48	160	960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8	96	320	1920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16	192	640	3840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32	384	1280	7680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
64	768	2560	15360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
128	1536	5120	30720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
256	3072	10240	61440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
512	6144	20480	122880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1024	12288	40960	245760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2048	24576	81920	491520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4096	49152	163840	983040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8192	98304	327680	1966080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16384	196608	655360	3932160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32768	393216	1310720	7864320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
65536	786432	2621440	15728640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
131072	1572864	5242880	31457280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
262144	3145728	10485760	62914560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
524288	6291456	20971520	125829120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1048576	12582912	41943040	251658240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2097152	25165824	83886080	503316480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4194304	50331648	167772160	1006632960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8388608	100663296	335544320	2013265920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16777216	201326592	671088640	4026531840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
33554432	402653184	1342177280	8053063680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
67108864	805306368	2684354560	16106127360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
134217728	1610612736	5368709120	32212254720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
268435456	3221225472	10737418240	64424509440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
536870912	6442450944	21474836480	128849018880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1073741824	12884901888	42949672960	257698037760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2147483648	25769803776	85899345920	515396075520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
0,5	6	20	120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1	12	40	240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2	24	80	480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4	48	160	960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8	96	320	1920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16	192	640	3840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32	384	1280	7680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
64	768	2560	15360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
128	1536	5120	30720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
256	3072	10240	61440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
512	6144	20480	122880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1024	12288	40960	245760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2048	24576	81920	491520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4096	49152	163840	983040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8192	98304	327680	1966080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16384	196608	655360	3932160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32768	393216	1310720	7864320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
65536	786432	2621440	15728640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
131072	1572864	5242880	31457280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
262144	3145728	10485760	62914560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
524288	6291456	20971520	125829120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1048576	12582912	41943040	251658240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2097152	25165824	83886080	503316480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4194304	50331648	167772160	1006632960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8388608	100663296	335544320	2013265920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16777216	201326592	671088640	4026531840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
33554432	402653184	1342177280	8053063680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
67108864	805306368	2684354560	16106127360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
134217728	1610612736	5368709120	32212254720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
268435456	3221225472	10737418240	64424509440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
536870912	6442450944	21474836480	128849018880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1073741824	12884901888	42949672960	257698037760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2147483648	25769803776	85899345920	515396075520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,5</td> <td>6</td> <td>20</td> <td>120</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>12</td> <td>40</td> <td>240</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>24</td> <td>80</td> <td>480</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>48</td> <td>160</td> <td>960</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>96</td> <td>320</td> <td>1920</td> </tr> <tr> <td>16</td> <td>192</td> <td>640</td> <td>3840</td> </tr> <tr> <td>32</td> <td>384</td> <td>1280</td> <td>7680</td> </tr> <tr> <td>64</td> <td>768</td> <td>2560</td> <td>15360</td> </tr> <tr> <td>128</td> <td>1536</td> <td>5120</td> <td>30720</td> </tr> <tr> <td>256</td> <td>3072</td> <td>10240</td> <td>61440</td> </tr> <tr> <td>512</td> <td>6144</td> <td>20480</td> <td>122880</td> </tr> <tr> <td>1024</td> <td>12288</td> <td>40960</td> <td>245760</td> </tr> <tr> <td>2048</td> <td>24576</td> <td>81920</td> <td>491520</td> </tr> <tr> <td>4096</td> <td>49152</td> <td>163840</td> <td>983040</td> </tr> <tr> <td>8192</td> <td>98304</td> <td>327680</td> <td>1966080</td> </tr> <tr> <td>16384</td> <td>196608</td> <td>655360</td> <td>3932160</td> </tr> <tr> <td>32768</td> <td>393216</td> <td>1310720</td> <td>7864320</td> </tr> <tr> <td>65536</td> <td>786432</td> <td>2621440</td> <td>15728640</td> </tr> <tr> <td>131072</td> <td>1572864</td> <td>5242880</td> <td>31457280</td> </tr> <tr> <td>262144</td> <td>3145728</td> <td>10485760</td> <td>62914560</td> </tr> <tr> <td>524288</td> <td>6291456</td> <td>20971520</td> <td>125829120</td> </tr> <tr> <td>1048576</td> <td>12582912</td> <td>41943040</td> <td>251658240</td> </tr> <tr> <td>2097152</td> <td>25165824</td> <td>83886080</td> <td>503316480</td> </tr> <tr> <td>4194304</td> <td>50331648</td> <td>167772160</td> <td>1006632960</td> </tr> <tr> <td>8388608</td> <td>100663296</td> <td>335544320</td> <td>2013265920</td> </tr> <tr> <td>16777216</td> <td>201326592</td> <td>671088640</td> <td>4026531840</td> </tr> <tr> <td>33554432</td> <td>402653184</td> <td>1342177280</td> <td>8053063680</td> </tr> <tr> <td>67108864</td> <td>805306368</td> <td>2684354560</td> <td>16106127360</td> </tr> <tr> <td>134217728</td> <td>1610612736</td> <td>5368709120</td> <td>32212254720</td> </tr> <tr> <td>268435456</td> <td>3221225472</td> <td>10737418240</td> <td>64424509440</td> </tr> <tr> <td>536870912</td> <td>6442450944</td> <td>21474836480</td> <td>128849018880</td> </tr> <tr> <td>1073741824</td> <td>12884901888</td> <td>42949672960</td> <td>257698037760</td> </tr> <tr> <td>2147483648</td> <td>25769803776</td> <td>85899345920</td> <td>515396075520</td> </tr> <tr> <td>4294967296</td> <td>51539607552</td> <td>171798691840</td> <td>1030792151040</td> </tr> <tr> <td>8589934592</td> <td>103079215104</td> <td>343597383680</td> <td>2061584302080</td> </tr> <tr> <td>17179869184</td> <td>206158430208</td> <td>687194767360</td> <td>4123168604160</td> </tr> <tr> <td>34359738368</td> <td>412316860416</td> <td>1374389534720</td> <td>8246337208320</td> </tr> <tr> <td>68719476736</td> <td>824633720832</td> <td>2748779069440</td> <td>16492674416640</td> </tr> <tr> <td>137438953472</td> <td>1649267441664</td> <td>5497558138880</td> <td>32985348833280</td> </tr> <tr> <td>274877906944</td> <td>3298534883328</td> <td>10995116277760</td> <td>65970697666560</td> </tr> <tr> <td>549755813888</td> <td>6597069766656</td> <td>21990232555520</td> <td>131941395333120</td> </tr> <tr> <td>1099511627776</td> <td>13194139533312</td> <td>43980465111040</td> <td>263882790666240</td> </tr> <tr> <td>2199023255552</td> <td>26388279066624</td> <td>87960930222080</td> <td>527765581332480</td> </tr> <tr> <td>4398046511104</td> <td>52776558133248</td> <td>175921860444160</td> <td>1055531162664960</td> </tr> <tr> <td>8796093022208</td> <td>105553116266496</td> <td>351843720888320</td> <td>2111062325329920</td> </tr> <tr> <td>17592186044416</td> <td>211106232532992</td> <td>703687441776640</td> <td>4222124650659840</td> </tr> <tr> <td>35184372088832</td> <td>422212465065984</td> <td>1407374883553280</td> <td>8444249301319680</td> </tr> <tr> <td>70368744177664</td> <td>844424930131968</td> <td>2814749767106560</td> <td>16888498602639360</td> </tr> <tr> <td>140737488355328</td> <td>1688849860263936</td> <td>5629499534213120</td> <td>33776997205278720</td> </tr> <tr> <td>281474976710656</td> <td>3377699720527872</td> <td>11258999068426240</td> <td>67553994410557440</td> </tr> <tr> <td>562949953421312</td> <td>6755399441055744</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> <tr> <td>1125899906842624</td> <td>13510798882111488</td> <td>22517998136852480</td> <td>135107988821114880</td> </tr> </tbody> </table>				Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	0,5	6	20	120	1	12	40	240	2	24	80	480	4	48	160	960	8	96	320	1920	16	192	640	3840	32	384	1280	7680	64	768	2560	15360	128	1536	5120	30720	256	3072	10240	61440	512	6144	20480	122880	1024	12288	40960	245760	2048	24576	81920	491520	4096	49152	163840	983040	8192	98304	327680	1966080	16384	196608	655360	3932160	32768	393216	1310720	7864320	65536	786432	2621440	15728640	131072	1572864	5242880	31457280	262144	3145728	10485760	62914560	524288	6291456	20971520	125829120	1048576	12582912	41943040	251658240	2097152	25165824	83886080	503316480	4194304	50331648	167772160	1006632960	8388608	100663296	335544320	2013265920	16777216	201326592	671088640	4026531840	33554432	402653184	1342177280	8053063680	67108864	805306368	2684354560	16106127360	134217728	1610612736	5368709120	32212254720	268435456	3221225472	10737418240	64424509440	536870912	6442450944	21474836480	128849018880	1073741824	12884901888	42949672960	257698037760	2147483648	25769803776	85899345920	515396075520	4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040	8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080	17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160	34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320	68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640	137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280	274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560	549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120	1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240	2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480	4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960	8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920	17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840	35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680	70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360	140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720	281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440	562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880	1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> <th>Flächenbereich</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,5</td> <td>6</td> <td>20</td> <td>120</td> </tr> <tr> <td>1</td> <td>12</td> <td>40</td> <td>240</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>24</td> <td>80</td> <td>480</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>48</td> <td>160</td> <td>960</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>96</td> <td>320</td> <td>1920</td> </tr> <tr> <td>16</td> <td>192</td> <td>640</td> <td>3840</td> </tr> <tr> <td>32</td> <td>384</td> <td>1280</td> <td>7680</td> </tr> <tr> <td>64</td> <td>768</td> <td>2560</td> <td>15360</td> </tr> <tr> <td>128</td> <td>1536</td> <td>5120</td> <td>30720</td> </tr> <tr> <td>256</td> <td>3072</td> <td>10240</td> <td>61440</td> </tr> <tr> <td>512</td> <td>6144</td> <td>20480</td> <td>122880</td> </tr> <tr> <td>1024</td> <td>12288</td> <td>40960</td> <td>245760</td> </tr> <tr> <td>2048</td> <td>24576</td> <td>81920</td> <td>491520</td> </tr> <tr> <td>4096</td> </tr></tbody></table>				Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	0,5	6	20	120	1	12	40	240	2	24	80	480	4	48	160	960	8	96	320	1920	16	192	640	3840	32	384	1280	7680	64	768	2560	15360	128	1536	5120	30720	256	3072	10240	61440	512	6144	20480	122880	1024	12288	40960	245760	2048	24576	81920	491520	4096																																																																																																																																																											
Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
0,5	6	20	120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1	12	40	240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2	24	80	480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4	48	160	960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8	96	320	1920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16	192	640	3840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32	384	1280	7680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
64	768	2560	15360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
128	1536	5120	30720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
256	3072	10240	61440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
512	6144	20480	122880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1024	12288	40960	245760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2048	24576	81920	491520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4096	49152	163840	983040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8192	98304	327680	1966080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16384	196608	655360	3932160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32768	393216	1310720	7864320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
65536	786432	2621440	15728640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
131072	1572864	5242880	31457280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
262144	3145728	10485760	62914560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
524288	6291456	20971520	125829120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1048576	12582912	41943040	251658240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2097152	25165824	83886080	503316480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4194304	50331648	167772160	1006632960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8388608	100663296	335544320	2013265920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16777216	201326592	671088640	4026531840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
33554432	402653184	1342177280	8053063680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
67108864	805306368	2684354560	16106127360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
134217728	1610612736	5368709120	32212254720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
268435456	3221225472	10737418240	64424509440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
536870912	6442450944	21474836480	128849018880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1073741824	12884901888	42949672960	257698037760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2147483648	25769803776	85899345920	515396075520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4294967296	51539607552	171798691840	1030792151040																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8589934592	103079215104	343597383680	2061584302080																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17179869184	206158430208	687194767360	4123168604160																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
34359738368	412316860416	1374389534720	8246337208320																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
68719476736	824633720832	2748779069440	16492674416640																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
137438953472	1649267441664	5497558138880	32985348833280																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
274877906944	3298534883328	10995116277760	65970697666560																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
549755813888	6597069766656	21990232555520	131941395333120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1099511627776	13194139533312	43980465111040	263882790666240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2199023255552	26388279066624	87960930222080	527765581332480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4398046511104	52776558133248	175921860444160	1055531162664960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8796093022208	105553116266496	351843720888320	2111062325329920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
17592186044416	211106232532992	703687441776640	4222124650659840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
35184372088832	422212465065984	1407374883553280	8444249301319680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
70368744177664	844424930131968	2814749767106560	16888498602639360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
140737488355328	1688849860263936	5629499534213120	33776997205278720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
281474976710656	3377699720527872	11258999068426240	67553994410557440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
562949953421312	6755399441055744	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1125899906842624	13510798882111488	22517998136852480	135107988821114880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich	Flächenbereich																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
0,5	6	20	120																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1	12	40	240																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2	24	80	480																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4	48	160	960																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
8	96	320	1920																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
16	192	640	3840																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
32	384	1280	7680																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
64	768	2560	15360																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
128	1536	5120	30720																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
256	3072	10240	61440																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
512	6144	20480	122880																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
1024	12288	40960	245760																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
2048	24576	81920	491520																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
4096																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																															



Die Sichtheizung sorgt zum erforderlichen Aufheizen des Sichtrohres, so daß eine Kondensation von GaAs im Sichtrohr vermieden wird. Dadurch wird die für die Beobachtung des Impfvorganges und des Kristallwachstums erforderliche Sicht erreicht.

Am unteren Teil des Rezipienten befindet sich die As-Quelle mit reinem Arsen zum Aufbau des erforderlichen As-Gleichgewichtsdampfdruckes. Sie wird von einem sich außerhalb des Rezipienten befindenden Ofen separat beheizt.

Unter Berücksichtigung der eventuellen Bruchempfindlichkeit des Quarzglases sowie der größeren einzusetzenden As-Mengen wurden verstärkte Sicherheitsmaßnahmen unternommen. In dem separaten und abgeschlossenen Versuchsraum wird die Apparatur von einer zweistufigen Schutzvorrichtung umgeben. Jede Stufe der Schutzvorrichtung wird separat gekühlt und ist mit einer Absaugvorrichtung ausgerüstet. Sie dienen gleichzeitig als Wärmesenke zur Aufrechterhaltung der Raumtemperatur im Versuchsraum, um einen Temperaturdrift der Regelungselektronik der magnetischen Lagerung zu vermeiden.

Zur optimalen Prozeßführung und zur Auslegung der erforderlichen Heizkreise wurde eine Wärmebilanz der Apparatur erstellt. Dabei wurden die Erwärmung der Rezipientwand infolge der abgegebenen Wärme des GaAs-Tiegels und die erforderlichen Heizleistungen der Tiegelheizung, des As-Ofens, der Sichtheizung und der Domheizung berechnet. Die Ermittlung der mittleren Erwärmung der Rezipientwand wurde für die Anordnung der Abb. III durchgeführt. Dabei wird nur das zylindrische Rezipient-Unterteil berücksichtigt. Dazu wurde es in fünf Segmente unterteilt. Als Randbedingungen wurden eine Tiegeltemperatur von $T_T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ und eine Umgebungstemperatur von $T_U = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ angesetzt. Im Rezipient wurde ein Arsendampfgemisch von $\text{As}_2:\text{As}_4 = 1:1$ angenommen. Der Arsendampfdruck betrug $p_{\text{As}} = 2\text{ bar}$. Das Absorptionsvermögen des Quarzglases für die auftreffende Wärmestrahlung des Tiegels wurde im Bereich zwischen $A = 0,25 - 0,50$ variiert.

Die berechnete Erwärmung der Rezipientwand wird in Tabelle I dargestellt. Mit $T_1 \dots T_5$ werden die Temperaturen der Segmente 1 ... 5 und mit $\dot{Q}_T$ die abgegebene Wärmeleistung bzw. die erforderliche Heizleistung des Tiegels im stationären Zustand bezeichnet. Danach müssen zur Aufrechterhaltung der Betriebsbedingungen im Rezipient Zusatzheizungen und/oder Isolationen eingesetzt werden.

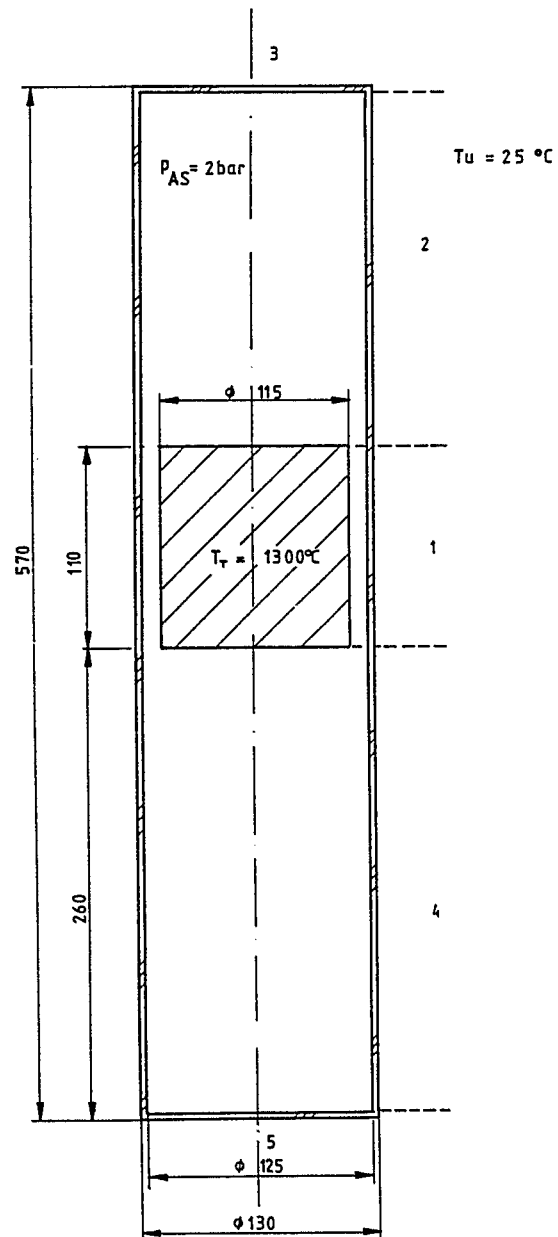


Abb. III: Anordnung zur Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur.

A	T ₁ /°C	T ₂ /°C	T ₃ /°C	T ₄ /°C	T ₅ /°C	$\dot{Q}_T/W$
0,25	697	327	312	181	120	12972
0,30	741	337	320	205	137	12810
0,35	781	347	327	227	153	12646
0,40	818	357	333	247	168	12479
0,45	852	367	340	267	181	12311
0,50	884	378	346	285	194	12141

Tabelle I: Erwärmung der Rezipientwand und Heizleistung des Tiegels für verschiedene Werte der Absorption des Quarzglases für die auftreffende Strahlung.

Die Funktionsfähigkeit der gesamten Anlage wurde unter realen Bedingungen in zwei Schritten festgestellt:

- LEC-Versuch,
- HWC-Versuch.

Im ersten Schritt wurde der Versuch als reiner LEC-Versuch mit einer B₂O₃-Abdeckung und Schutzgas ohne As-Atmosphäre durchgeführt. Die in diesem Versuch eingesetzten Heiz- und Kühlsysteme arbeiteten einwandfrei. Die Temperatur der Stator-Elektronik konnte durch die kombinierten Kühlsysteme so kontrolliert werden, daß ein einwandfreier Betrieb des Rotors möglich war.

Es wurde polykristallines Material von 45 mm Länge und 30 mm Durchmesser hergestellt. Der Grund dafür liegt darin, daß die B₂O₃-Schicht keine vollkommene Sperre für Ga- bzw. As-Moleküle darstellt und GaAs sich an kalten Stellen wie beispielsweise am Impfling niederschlagen kann. Dieses polykristalline GaAs kann dann die Quelle für unkontrollierte Nukleation des wachsenden Kristalls darstellen.

Im zweiten Schritt wurde die komplette Anlage einschließlich As-Ofen und Domheizung als Heiß-Wand-Czochralski-Anlage getestet. Auch in diesem Versuch arbeiteten alle Komponenten einwandfrei. Alle Heiz- und Kühlsysteme erfüllten die thermischen Anforderungen des HWC-Verfahrens. Die magnetische Zieh- und Drehvorrichtung lief beim heißen Dom-Bereich einwandfrei.

Es wurde ein Kristall von 67 mm Länge und 11 mm Durchmesser hergestellt, s. Abb. IV. Eine Durchmesserergrößerung durch Absenken der Leistung der HF-Heizung war nicht möglich, da damit gleichzeitig die Schmelze vom Rand her einfro. Offensichtlich waren die Wärmeverluste oberhalb der Schmelze aufgrund einer nicht ausreichenden Erhaltung der erforderlichen thermischen Betriebsbedingungen in diesem Rezipient-Bereich zu groß.

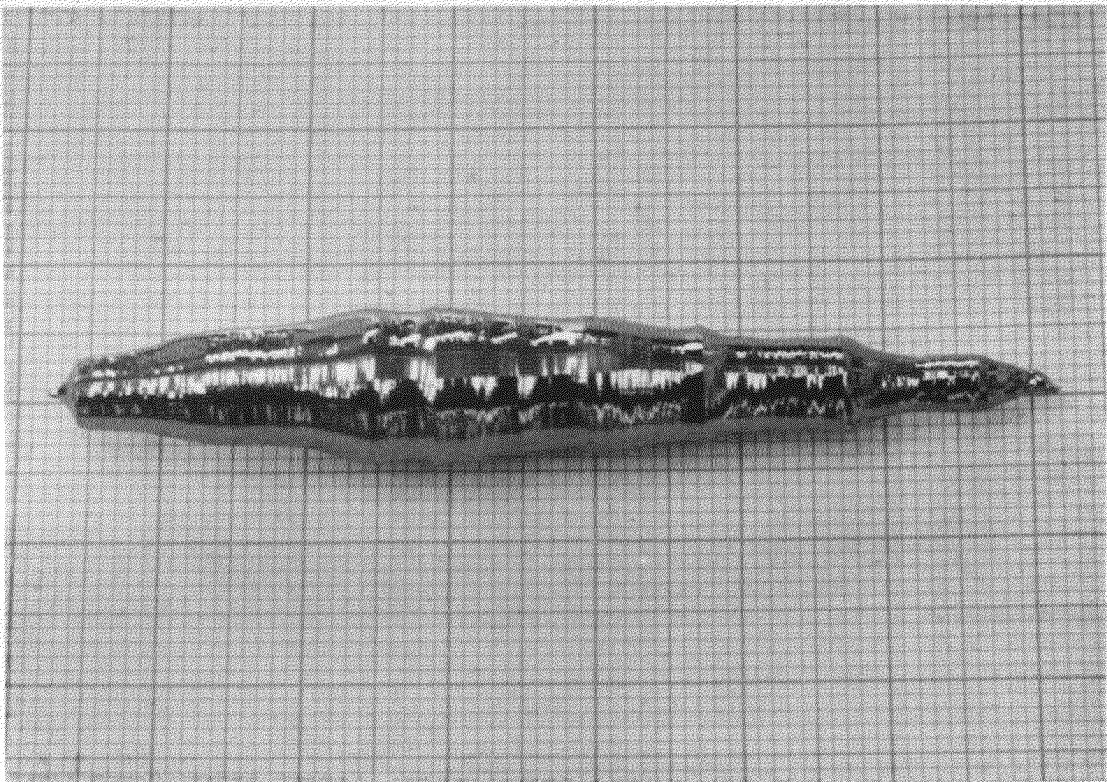


Abb. IV: Nach dem HWC-Verfahren hergestellter GaAs-Einkristall.

Die gute strukturelle Qualität des Kristalls belegt die Gammadifraktometer-Messung, s. Abb. V. Die Halbwertsbreite der Rockingkurven von $18''$ – $20''$ bei einer Auflösung von $10''$ demonstriert die hohe strukturelle Perfektion des Kristalls.

Die Erprobung der Apparatur wies auf die ersten Verbesserungen im Hinblick auf einen optimalen Betrieb der Anlage und eine optimale Prozeßführung der Kristallzucht hin:

- Isolierung bzw. Beheizung des Rezipienten-Bereiches oberhalb des Tiegels. Dadurch soll eine Reduzierung der Wärmeverluste des Tiegels bzw. eine Erhöhung der Temperatur der Rezipientwand in diesem Bereich auf die erforderliche Betriebstemperatur von $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ erreicht werden, vgl. Wärmebilanz. Darüberhinaus wird durch diese Maßnahme eine Durchmesservergrößerung des Kristalls bei absinkender HF-Leistung begünstigt.
- Anwendung der Wägetechnik in Verbindung mit der eingesetzten magnetischen Lagerung zur automatischen Regelung des Durchmesserverlaufs des wachsenden Kristalls.

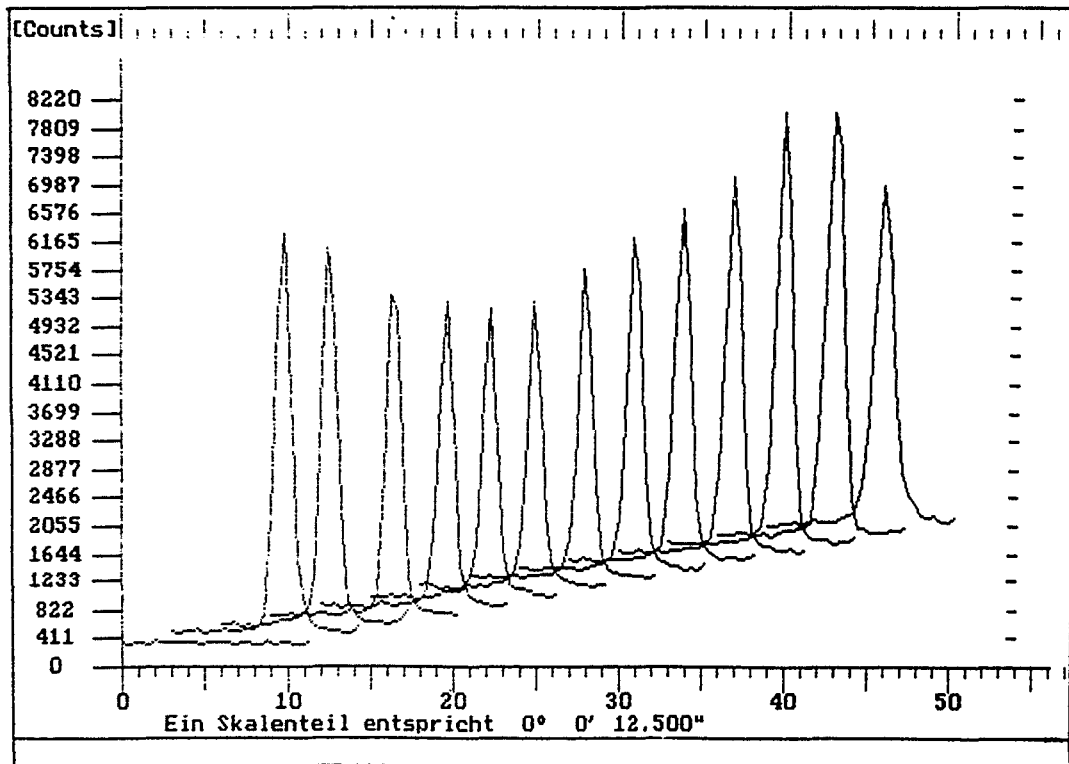


Abb. V: Transmissions-Rockingkurven des HWC-Einkristalls.

- Zweizonen-Heizsystem des Dom-Bereiches zur Homogenisierung der auftretenden axialen Temperaturgradienten der Domheizung.
- Zusammenschmelzen des Rezipienten bei fixiertem Heiz- und Kühlsystem des Domes zur Vereinfachung des Ein- und Ausbaus der Apparatur. Dazu muß der gesamte Dom-Bereich kürzer und mit einem kleinerem Durchmesser ausgeführt werden.
- Doppelwandige innere Sicherheitskapsel zu einer homogenen Abkühlung dieses Bereiches.
- Auskleidung der inneren Rezipientwand im Bereich oberhalb des Tiegels als Schutz vor einem eventuellen Quarzglasbruch durch GaAs-Spritzer infolge eines schnellen Erstarrens der Schmelze.
- Automatisierung der Prozeßführung in Verbindung mit einem geeigneten Regel- und Steuersystem der verschiedenen Heizkreise.

Die Spezifikation der sich z.Z. im Endstadium der Entwicklung befindenden GaAs-Produktionsanlage lautet:

Kristalldurchmesser	3"
Kristalllänge	300 mm
Temperatur des Tiegelheizers	$T_H = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$
Betriebsdruck	$p = 2\text{ bar}$
Rezipientwandtemperatur	$T_W = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Die Schlüsselrolle zur technischen Realisierung dieser Apparatur spielt die Auswahl eines geeigneten metallischen Werkstoffs für den inneren Rezipient und die zugehörigen Komponenten. Dieser Werkstoff muß eine ausreichende As-Resistenz, Hochwarmfestigkeit bei $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ und eine gute Verarbeitbarkeit (u.a. Eignung zum Schweißen) aufweisen. Die bisherigen Untersuchungen haben gezeigt, daß kein metallischer Werkstoff diese Anforderungen erfüllen kann. Die einzige Möglichkeit besteht z.Z. in einer Beschichtung von hochwarmfesten Stählen (z.B. Inconel 718) mit As-schützenden Materialien. Als Schutzschichten werden Titan oder Boroxid (B_2O_3) verwendet.

Um eine hohe Dichtheit des Rezipienten zu erreichen, wird an vielen Stellen eine hydroviskose Dichtung mit geschmolzenem Boroxid verwendet. Das Boroxid ist bei Betriebstemperatur zähflüssig und weist eine Sperrwirkung gegen As-Dampf auf.

Dazu wurden folgende Komponenten speziell für die Anlage entwickelt:

- hydroviskose Dichtung für die Trennstellen des Rezipienten,
- mechanische Hub- und Drehvorrichtung,
- gasdichte Hochtemperatur-Stromdurchführung für den Tiegelheizer,
- Hochtemperaturventil zum Absperren des Rezipienten.

Eine Wärmebilanz wurde zur Bestimmung der verschiedenen Heiz- und Kühlsysteme sowie zur Untersuchung eines eventuellen Einsatzes von Strahlungsschilden im Rezipient durchgeführt.

Darüberhinaus muß die Anlage eine einfache Handhabung und eine hohe Sicherheit aufweisen. Sie muß leicht demontierbar und ohne großen Aufwand wieder verwendbar sein.

Basierend auf dem bisherigen Stand der Entwicklung im ZBB des Forschungszentrums Jülich wurde der Entwurf eines Prototyps einer HWC-Metallapparatur erstellt, s. Abb. VI. Die Anlage besteht aus einem inneren beheizten Rezipient und einem äußeren wassergekühlten Sicherheitsbehälter.

Der Rezipient hat zwei Trennstellen, wodurch er in den Rezipient-Mittelteil und die beiden Dichtdeckel geteilt wird. Die beiden Deckel sollen zusammen mit den Rezipi-

entflanschen den Rezipient abdichten. Dazu wird eine hydroviskose Dichtung mit geschmolzenem Boroxid eingesetzt. Der Einsatz der B_2O_3 -Dichtung setzt ein bei mind. 500 °C oxidationsbeständiges Material für den Rezipienten voraus, da zur Montage bzw. Demontage die Trennstellen des Rezipienten bei geöffnetem Sicherheitsbehälter (Anwesenheit des atmosphärischen Sauerstoffs) über die B_2O_3 -Schmelztemperatur von 450 °C beheizt werden müssen.

Die Entfernung des Kristalls und die Beschickung mit einer neuen GaAs-Charge erfolgt durch die obere Trennstelle des Rezipienten. Dazu soll die entsprechende Trennstelle des Sicherheitsbehälters geöffnet werden. Um die zur Durchführung dieser Arbeiten erforderliche Zugänglichkeit zu gewährleisten, wird der Teil der Apparatur unterhalb der geöffneten Trennstelle durch ein Hubgestell in der Basis der Apparatur entsprechend abgesenkt. Der Teil der Apparatur oberhalb der geöffneten Trennstelle bleibt dabei in seiner Lage fixiert. Der obere Deckel des Rezipienten und des Sicherheitsbehälters werden aus diesem Grund an der Raumdecke gehalten.

Die untere Trennstelle des Rezipienten wird nur für eventuelle Wartungs- bzw. Reinigungsarbeiten im unteren Rezipiententeil geöffnet.

Am oberen Deckel des Rezipienten wird die As-Quelle durch ein Verbindungsrohrstück angeschlossen. Sie wird außerhalb des Rezipienten angebracht und separat geheizt. Dadurch erfolgt eine Entkoppelung von den thermischen Verhältnissen im Rezipient, was für eine genaue Regelung der As-Quelle entscheidend ist. Außerdem kann nach der Beendigung des Ziehvorganges durch separates Abkühlen der As-Quelle, während im Rezipient noch die Betriebstemperatur herrscht, eine Kondensierung des gesamten gasförmigen Arsens in der As-Quelle erreicht werden.

Das Druckmeßsystem zur Erfassung des As-Dampfdruckes wird am Rezipient angeschlossen. Die Meßsignale dieses Systems dienen zur Regelung des As-Ofens.

Zur optischen Überwachung des Ziehvorganges kann ein beheizbares Schauglas oder ein Quarzglasstab, der möglichst nah zur wärmestrahrenden GaAs-Schmelze geführt wird, eingesetzt werden.

Im Rezipient-Oberteil befindet sich eine mechanische, gasdichte Hochtemperatur-Zieh- und Drehvorrichtung. Sie wird mit geschmolzenem Boroxid abgedichtet. Das Rezipient-Oberteil wird durch eine ummantelte Heizung auf Betriebstemperatur (700 °C) beheizt. Die Antriebselemente der Wellen der mechanischen Vorrichtung befinden sich außerhalb des heißen Bereiches, oberhalb der Apparatur.

In der unteren Hälfte des Rezipient-Mittelteils ruht der GaAs-Schmelztiegel. Er wird von einem Ohmschen-Graphitheizer ummantelt. Der Heizer wird an den Graphitelektroden von drei speziell entwickelten, gasdichten Hochtemperatur-Stromdurchführungen angeschlossen, die durch den unteren Deckel in den Rezipient eindringen.

Diese Pläne unterliegen nicht dem Abrechnungsdienst

Für diese Zeichnung ist die Verantwortung bei der Ausführung der Montage und der Bedienung der Anlage zu übernehmen. Die Montage und die Bedienung der Anlage sind nur durch geschultes Personal zu betreiben.

Schritte Kanten & gebrochen				Anzahl			
1	2	3	4	1	2	3	4
5	6	7	8	9	10	11	12
13	14	15	16	17	18	19	20
21	22	23	24	25	26	27	28
29	30	31	32	33	34	35	36
37	38	39	40	41	42	43	44
45	46	47	48	49	50	51	52
53	54	55	56	57	58	59	60
61	62	63	64	65	66	67	68
69	70	71	72	73	74	75	76
77	78	79	80	81	82	83	84
85	86	87	88	89	90	91	92
93	94	95	96	97	98	99	100
101	102	103	104	105	106	107	108
109	110	111	112	113	114	115	116
117	118	119	120	121	122	123	124
125	126	127	128	129	130	131	132
133	134	135	136	137	138	139	140
141	142	143	144	145	146	147	148
149	150	151	152	153	154	155	156
157	158	159	160	161	162	163	164
165	166	167	168	169	170	171	172
173	174	175	176	177	178	179	180
181	182	183	184	185	186	187	188
189	190	191	192	193	194	195	196
197	198	199	200	201	202	203	204
205	206	207	208	209	210	211	212
213	214	215	216	217	218	219	220
221	222	223	224	225	226	227	228
229	230	231	232	233	234	235	236
237	238	239	240	241	242	243	244
245	246	247	248	249	250	251	252
253	254	255	256	257	258	259	260
261	262	263	264	265	266	267	268
269	270	271	272	273	274	275	276
277	278	279	280	281	282	283	284
285	286	287	288	289	290	291	292
293	294	295	296	297	298	299	300
301	302	303	304	305	306	307	308
309	310	311	312	313	314	315	316
317	318	319	320	321	322	323	324
325	326	327	328	329	330	331	332
333	334	335	336	337	338	339	340
341	342	343	344	345	346	347	348
349	350	351	352	353	354	355	356
357	358	359	360	361	362	363	364
365	366	367	368	369	370	371	372
373	374	375	376	377	378	379	380
381	382	383	384	385	386	387	388
389	390	391	392	393	394	395	396
397	398	399	400	401	402	403	404
405	406	407	408	409	410	411	412
413	414	415	416	417	418	419	420
421	422	423	424	425	426	427	428
429	430	431	432	433	434	435	436
437	438	439	440	441	442	443	444
445	446	447	448	449	450	451	452
453	454	455	456	457	458	459	460
461	462	463	464	465	466	467	468
469	470	471	472	473	474	475	476
477	478	479	480	481	482	483	484
485	486	487	488	489	490	491	492
493	494	495	496	497	498	499	500
501	502	503	504	505	506	507	508
509	510	511	512	513	514	515	516
517	518	519	520	521	522	523	524
525	526	527	528	529	530	531	532
533	534	535	536	537	538	539	540
541	542	543	544	545	546	547	548
549	550	551	552	553	554	555	556
557	558	559	560	561	562	563	564
565	566	567	568	569	570	571	572
573	574	575	576	577	578	579	580
581	582	583	584	585	586	587	588
589	590	591	592	593	594	595	596
597	598	599	600	601	602	603	604
605	606	607	608	609	610	611	612
613	614	615	616	617	618	619	620
621	622	623	624	625	626	627	628
629	630	631	632	633	634	635	636
637	638	639	640	641	642	643	644
645	646	647	648	649	650	651	652
653	654	655	656	657	658	659	660
661	662	663	664	665	666	667	668
669	670	671	672	673	674	675	676
677	678	679	680	681	682	683	684
685	686	687	688	689	690	691	692
693	694	695	696	697	698	699	700
701	702	703	704	705	706	707	708
709	710	711	712	713	714	715	716
717	718	719	720	721	722	723	724
725	726	727	728	729	730	731	732
733	734	735	736	737	738	739	740
741	742	743	744	745	746	747	748
749	750	751	752	753	754	755	756
757	758	759	760	761	762	763	764
765	766	767	768	769	770	771	772
773	774	775	776	777	778	779	780
781	782	783	784	785	786	787	788
789	790	791	792	793	794	795	796
797	798	799	800	801	802	803	804
805	806	807	808	809	810	811	812
813	814	815	816	817	818	819	820
821	822	823	824	825	826	827	828
829	830	831	832	833	834	835	836
837	838	839	840	841	842	843	844
845	846	847	848	849	850	851	852
853	854	855	856	857	858	859	860
861	862	863	864	865	866	867	868
869	870	871	872	873	874	875	876
877	878	879	880	881	882	883	884
885	886	887	888	889	890	891	892
893	894	895	896	897	898	899	900
901	902	903	904	905	906	907	908
909	910	911	912	913	914	915	916
917	918	919	920	921	922	923	924
925	926	927	928	929	930	931	932
933	934	935	936	937	938	939	940
941	942	943	944	945	946	947	948
949	950	951	952	953	954	955	956
957	958	959	960	961	962	963	964
965	966	967	968	969	970	971	972
973	974	975	976	977	978	979	980
981	982	983	984	985	986	987	988
989	990	991	992	993	994	995	996
997	998	999	1000	1001	1002	1003	1004
1005	1006	1007	1008	1009	1010	1011	1012
1013	1014	1015	1016	1017	1018	1019	1020
1021	1022	1023	1024	1025	1026	1027	1028
1029	1030	1031	1032	1033	1034	1035	1036
1037	1038	1039	1040	1041	1042	1043	1044
1045	1046	1047	1048	1049	1050	1051	1052
1053	1054	1055	1056	1057	1058	1059	1060
1061	1062	1063	1064	1065	1066	1067	1068
1069	1070	1071	1072	1073	1074	1075	1076
1077	1078	1079	1080	1081	1082	1083	1084
1085	1086	1087	1088	1089	1090	1091	1092
1093	1094	1095	1096	1097	1098	1099	1100
1101	1102	1103	1104	1105	1106	1107	1108
1109	1110	1111	1112	1113	1114	1115	1116
1117	1118	1119	1120	1121	1122	1123	1124
1125	1126	1127	1128	1129	1130	1131	1132
1133	1134	1135	1136	1137	1138	1139	1140
1141	1142	1143	1144	1145	1146	1147	1148
1149	1150	1151	1152	1153	1154	1155	1156
1157	1158	1159	1160	1161	1162	1163	1164
1165	1166	1167	1168	1169	1170	1171	1172
1173	1174	1175	1176	1177	1178	1179	1180
1181	1182	1183	1184	1185	1186	1187	1188
1189	1190	1191	1192	1193	1194	1195	1196
1197	1198	1199	1200	1201	1202	1203	1204
1205	1206	1207	1208	1209	1210	1211	1212
1213	1214	1215	1216	1217	1218	1219	1220
1221	1222	1223	1224	1225	1226	1227	1228
1229	1230	1231	1232	1233	1234	1235	1236
1237	1238	1239	1240	1241	1242	1243	1244
1245	1246	1247	1248	1249	1250	1251	1252
1253	1254	1255	1256	1257	1258	1259	1260
1261	1262	1263	1264	1265	1266	1267	1268
1269	1270	1271	1272	1273	1274	1275	1276
1277	1278	1279	1280	1281	1282	1283	1284
1285	1286	1287	1288	1289	1290	1291	1292
1293	1294	1295	1296	1297	1298	1299	1300
1301	1302	1303	1304	1305	1306	1307	1308
1309	1310	1311	1312	1313	1314	1315	1316
1317	1318	1319	1320	1321	1322	1323	1324
1325	1326	1327	1328	1329	1330	1331	1332
1333	1334	1335	1336	1337	1338	1339	1340
1341	1342	1343	1344	1345	1346	1347	1348
1349	1350	1351	1352	1353	1354	1355	1356

Durch die Auslegung des unteren Deckels des Rezipienten wird ein eventueller Einsatz einer Hub- und Drehvorrichtung des Schmelztiegels ermöglicht.

Um eine Überhitzung des Rezipienten zu vermeiden und die Wärmeverluste durch die Wärmestrahlung des Tiegels und des Tiegelheizers zu vermindern, werden im Rezipient und insbesondere in der Umgebung des Tiegels Strahlungsschilde eingebracht.

Am unteren Deckel des Rezipienten wird die Rohrleitung zur Evakuierungsvorrichtung angeschlossen. In dieser Rohrleitung wird das Hochtemperaturventil eingebaut, das den Rezipient nach ausreichendem Spülen mit Inertgas und Evakuieren hermetisch sperrt. Das Ventil wird mit Boroxid abgedichtet. Die Rohrleitung bis zum Ventil und das Ventil müssen auf Betriebstemperatur beheizt werden, da sie mit dem gasförmigen Arsen in Kontakt kommen. Als zusätzliche Sicherheit wird ein Absperrventil an einer kalten Stelle vor dem Eingang zur Vakuumpumpe eingebaut.

Zur Aufrechterhaltung der geforderten thermischen Verhältnisse im Rezipient sind insgesamt mindestens zwölf getrennte Heizkreise erforderlich. Dazu muß die Anlage mit einem geeigneten Regel- und Steuersystem versehen werden.

Der wassergekühlte Sicherheitsbehälter umschließt den Rezipient mit allen As-berührten Komponenten. Im Zwischenraum, in dem eine Inertgasatmosphäre herrscht, sollen eventuell austretende Arsendämpfe abgefangen werden. Durch diese Inertgasatmosphäre kann zusätzlich der Überdruck des Rezipienten zur Erhöhung seiner Dichtigkeit ständig ausgeglichen werden. Die Wasserkühlung des Sicherheitsbehälters dient zur Abfuhr der Wärmeverluste sowie zur Erhaltung von definierten Temperaturverhältnissen in der Umgebung des Rezipienten.

Die Apparatur soll aus Sicherheitsgründen in einem geschlossenen Raum, der mit einem Abzug ausgerüstet ist, unter leichtem Unterdruck betrieben werden.

Aufgrund der Vorarbeiten, die in dieser Arbeit dargestellt werden, können nun folgende weitere Entwicklungsschritte zur Fertigung einer metallischen Kristallziehapparatur vorgenommen werden:

- As-Korrosionstests von beschichteten hochwarmfesten metallischen Werkstoffen. Insbesondere soll die Beständigkeit von vertikal angeordneten B_2O_3 -beschichteten Proben untersucht werden.
- Optimierung der thermischen Verhältnisse im Rezipient. Dazu soll eine neue verbesserte Computer-Simulation durchgeführt werden. Anschließend sollen die thermischen Verhältnisse des Rezipienten bei realistischen Bedingungen mit Hilfe eines vorhandenen Testbehälters in Originalgröße experimentell untersucht werden.
- Fertigung und Erprobung der konstruierten Prüfvorrichtung für eine hydroviskose Dichtung der Trennstellen des Rezipienten.

- Dauertest der endgültigen Version der entwickelten mechanischen Zieh- und Drehvorrichtung. Dazu soll die Notwendigkeit einer Hub- und Drehvorrichtung des Schmelztiegels überprüft werden.
- Fertigung und Erprobung der endgültigen Stromdurchführung des Tiegelheizers.
- Entwicklung eines gasdichten und korrosionsfesten Druckmeßsystems zur Erfassung des As-Dampfdruckes im Rezipient.
- Entwicklung eines optischen Systems zur Überwachung des Ziehvorgangs.
- Bau eines Anlage-Prototyps nach dem erstellten Entwurf.
- Erprobung der Anlage in GaAs-Kristallzuchtversuchen.

1. Einleitung

Einer der Hauptparameter des Fortschritts der Gesellschaft ist in unserer Zeit die rasche Entwicklung der Technologie auf den Gebieten der Mikro-, Leistungs- und Optoelektronik, die direkt mit einer Erhöhung der volkswirtschaftlichen Produktivität durch Automatisierung von Arbeits- und Informationsprozessen verbunden ist. Diese Entwicklung ist stets abhängig von neuen Erkenntnissen der Festkörperforschung und der Ingenieurwissenschaft bezogen auf neue Herstellungsmethoden und Eigenschaften von Halbleiterwerkstoffen.

Das wichtigste Halbleitermaterial ist zur Zeit das Silizium, es ist das Ausgangsmaterial für 90 % aller elektronischen Bauelemente. Die überragende Rolle des Siliziums in der Mikroelektronik den anderen Halbleiterwerkstoffen gegenüber basiert auf dem nahezu unbegrenzten natürlichen Vorrat, dem einfachen chemischen Charakter, der guten Dotierbarkeit, der hohen Integrationsdichte seiner Schaltkreise, der kostengünstigen Produktion und der hohen Fertigungsqualität.

Neben dem Silizium wird das Galliumarsenid, der wichtigste Vertreter der III-V-Halbleiterverbindungen, seit Jahren als vielversprechender Halbleiter und zukünftiger Konkurrent von Silizium behandelt. Die hervorragenden Eigenschaften von Galliumarsenid sind die hohe Elektronenbeweglichkeit und die direkte Aufnahme bzw. Erzeugung von Lichtsignalen.

Zur Zeit spielt Galliumarsenid noch eine ergänzende Rolle neben dem Silizium. Seine Anwendung beschränkt sich hauptsächlich auf Bereiche, in denen die hohen Fertigungskosten tragbar sind. Bauteile aus Galliumarsenid werden schon für bestimmte Funktionen in Computern, Fernsehempfängern und bei der optoelektronischen Datenübertragung durch Lichtfasernetze im großen Maße eingesetzt. Lichtemittierende Dioden und Diodenlaser aus Galliumarsenid werden in Bildschirmen und CD-Abspielgeräten verwendet. Galliumarsenid-Halbleiter finden schon als Detektoren in Satellitenempfangsantennen große Anwendung. Glasfasernetze der optischen Informationsübertragung auf InP- und GaAs-Basis breiten sich über das Telefonnetz, das Kabelfernsehen und transkontinentale Übertragungsstrecken aus. Eine weitere Anwendung von Galliumarsenid als Grundmaterial für Digitalrechner scheitert noch an den hohen Fertigungskosten, der nicht konstanten Produktqualität und dem niedrigeren Integrationsgrad des Galliumarsenid-Chips.

Eine wichtige Voraussetzung für eine breitere Anwendung des Galliumarsenids in der Zukunft ist ein großtechnisches Verfahren zur industriellen Herstellung von kostengünstigen und großdimensionierten Einkristallen hoher Qualität. Die bisherigen Erfahrungen auf dem Gebiet der Festkörperforschung haben gezeigt, daß die bestmögliche Kristallqualität durch das Ziehen des Kristalls aus der Schmelze nach Czochralski erreicht werden kann. Große Bemühungen werden in den letzten Jahren in Richtung einer großdimensionierten Produktionsanlage zur Herstellung von Galliumarsenid-Ein-

kristallen – nach dem Prinzip der B_2O_3 -freien Czochralski-Methode – geleistet. Eine Reihe von technisch schwierigen Problemen treten aufgrund der korrosiven Arsenatmosphäre und der hohen Betriebstemperatur auf, die zur Aufrechterhaltung der Stöchiometrie in der Schmelze und im Kristall erforderlich sind.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine GaAs-Kristallzuchtapparatur aus Quarzglas nach dem Prinzip der "heißen Wand" erstellt. Die Züchtung der Kristalle sollte nach der Czochralski-Methode unter As-Atmosphäre erfolgen. Danach wurde sie Heiß-Wand-Czochralski-Apparatur (HWC-Apparatur) benannt. Diese Apparatur dient hauptsächlich als wissenschaftliche Versuchsanlage. Damit soll die Einsatzfähigkeit des B_2O_3 -freien Czochralski-Verfahrens für die industrielle Herstellung von GaAs-Einkristallen untersucht werden. Es sollen die Bedingungen festgestellt werden, bei denen optimale Kristalle bezogen auf Abmessungen und physikalische Eigenschaften entstehen. Dies wäre ein wesentlicher Beitrag zur Verbesserung der Wettbewerbschancen von Galliumarsenid in der Computer- und Nachrichtentechnik.

Die Verwirklichung der Apparatur basiert auf einer kleinen labormaßstäblichen "Gremelmaier-Apparatur", die im IFF für GaAs-Züchtungsversuche im Einsatz ist. Die erstellte Apparatur ist so groß dimensioniert, daß sie die Züchtung von Kristallen im industriellen Maßstäben zuläßt.

Bei ihrer Entwicklung und Konstruktion sollten diverse mechanische, thermische und sicherheitstechnische Probleme gelöst werden. Die Beherrschung der Temperatur an den beheizten Wänden der Apparatur sowie die Steuerung des As-Dampfdruckes über die Temperatur innerhalb des Rezipienten sind von großer Bedeutung für die optimale Züchtung der Kristalle. Dazu wurde eine Wärmebilanz der erstellten HWC-Quarzglasapparatur durchgeführt. Die Verwendung des As-Gases bedingt eine Reihe von Sicherheitsmaßnahmen, die für den sicheren Betrieb der Anlage erforderlich waren. Alle einzelnen Komponenten wurden vor der Inbetriebnahme systematisch getestet und teilweise optimiert. Anschließend wurden Kristallzüchtungs-Versuche durchgeführt, um die Funktionsfähigkeit der gesamten Anlage zu überprüfen.

Gleichzeitig wird im Forschungszentrum Jülich eine HWC-Metallapparatur als industrielle Produktionsanlage zur Herstellung von GaAs-Einkristallen entwickelt. Diese Anlage muß neben ihrer perfekten Funktion eine einfache Handhabung und eine hohe Sicherheit aufweisen. Aufgrund der ungünstigen Betriebsbedingungen, die den Einsatz von konventioneller Technologie oft verhindern, mußten die meisten Anlagekomponenten neu entwickelt werden. Die Auswahl eines korrosionsbeständigen und hochwarmfesten metallischen Werkstoffes für den Rezipient und die verschiedenen Komponenten spielt eine Schlüsselrolle zur technischen Realisierung der Anlage. Basierend auf dieser langwierigen Entwicklung wurde ein Entwurf eines Anlage-Prototyps erstellt. Dazu wurden die wichtigen Komponenten dieser Anlage detailliert behandelt.

2. GaAs–Einkristallzüchtung

2.1. Wichtige Eigenschaften des Galliumarsenids und deren Anwendungsgebiete

2.1.1. Halbleiter–Charakter

Das Galliumarsenid ist aufgrund seiner kristallographischen und elektrischen Eigenschaften der wichtigste Vertreter der III–V–Verbindungshalbleiter. In Tabelle 2.1 wird ein Vergleich der charakteristischen Materialgrößen des Galliumarsenids mit einigen III–V–Verbindungen sowie auch mit Silizium und Germanium gezeigt.

Werkstoff	Energie- lücke E_g eV	Elektronen- beweglich- keit μ_n $\text{m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$	Löcher- beweglich- keit μ_p $\text{m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$	Spezifischer elek- trischer Wider- stand bei reiner Eigenleitung ρ Ωm
AIP	3,00			
GaP	2,25	0,045	0,002	
AlSb	1,52	0,140	0,020	
GaAs	1,43	0,850	0,045	10^6
InP	1,25	0,600	0,016	
GaSb	0,70	0,500	0,085	
InAs	0,33	2,300	0,010	
InSb	0,11	8,000	0,075	$5 \cdot 10^{-5}$
Si	1,10	0,135	0,048	$2 \cdot 10^3$
Ge	0,70	0,390	0,190	0,5

Tabelle 2.1: Kennwerte für III–V–Verbindungen bei Raumtemperatur (300 K) im Vergleich mit Silizium und Germanium (K. Nitzsche 1986).

Der spezifische elektrische Widerstand von semiisolierendem GaAs liegt bei $10^6 - 10^8 \Omega\cdot\text{cm}$. Eine gewünschte Leitfähigkeit wird durch Dotierung von bestimmten Fremdstoffen erzeugt, deren Atome eine unterschiedliche Elektronenkonfiguration als die Atome des Kristalls haben und oberhalb einer bestimmten Temperatur Elektronen abgeben (Donatoren) oder von benachbarten Atomen aufnehmen (Akzeptoren). Das Galliumarsenid zeigt einen negativen Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands im Temperaturbereich der Eigenleitung. Dies ist das ausschlaggebende Charakteristikum für einen Halbleiter.

Die zukunftsträchtigsten Eigenschaften des Galliumarsenids sind seine hohe Elektronenbeweglichkeit und die direkte Erzeugung oder Aufnahme von Lichtwellen.

2.1.2. Elektronische Eigenschaften

Im Vergleich mit Silizium besitzt das Galliumarsenid eine höhere Elektronenbeweglichkeit und Elektronengeschwindigkeit, wie es auch aus Abb. 2.1 ersichtlich wird.

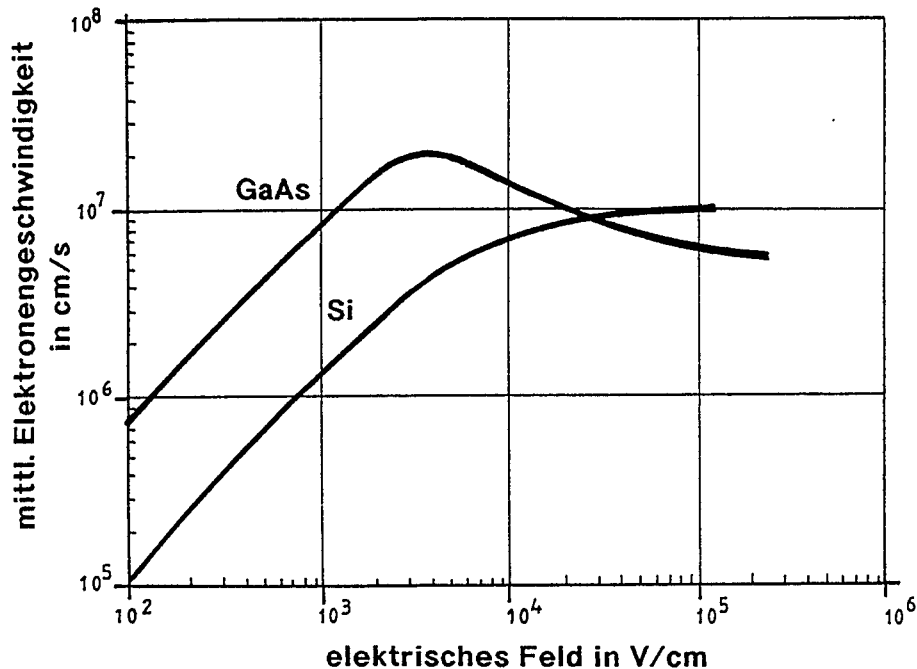


Abb. 2.1: Mittlere Elektronengeschwindigkeit von GaAs und Silizium als Funktion der Feldstärke (M. Brodsky 1990).

Die mittleren Elektronengeschwindigkeiten sind bei Feldstärken von weniger als 4000 Volt pro Zentimeter in Galliumarsenid mehr als fünfmal so hoch wie in Silizium. Daraus ergeben sich 4 bis 7mal geringere Schaltzeiten. Außerdem verbrauchen Schaltkreise aus Galliumarsenid 10 bis 30mal weniger Leistung als die aus Silizium.

Aufgrund dieser Besonderheiten ist das Galliumarsenid sehr gut geeignet für Hochfrequenzbauelemente. Von großer Bedeutung sind die GaAs-MESFETs (Metal Semiconductor Field Effect Transistors). Zur Zeit werden GaAs-Bauelemente hauptsächlich in Eingangsstufen von Hochfrequenzempfängern eingesetzt, die schnell und rauscharm sein müssen. Die hohe Elektronenbeweglichkeit bewirkt auch eine starke Reduzierung des Rauschpegels bei hohen Frequenzen.

GaAs-Detektoren werden in der Eingangsstufe im Brennpunkt von Satellitenempfangsantennen eingesetzt. Dadurch werden die ultrahochfrequenten Wellen – bis zu etwa zwölf Gigahertz – verzerrungsfrei in elektrische Signale umgesetzt. Dabei werden die schwachen Eingangssignale auch rauschfrei verstärkt.

Rauscharme GaAs-Eingangsverstärker werden seit einiger Zeit auch bei Fernsehempfängern eingebaut. Dadurch werden schärfere Bilder in schlechter Empfangslage geliefert. Beim Kabelfernsehen werden auch Bauelemente mit geringem Rauschen eingesetzt.

Durch GaAs-Bauelemente wird die Empfindlichkeit bei Richtfunkempfängern gesteigert (M. Brodsky 1990).

Von großer Bedeutung sind für die zukünftige Mikroelektronik GaAs-FETs mit Kanallängen kleiner als $1\text{ }\mu\text{m}$. Sie sind aufgrund ihrer kürzeren Schaltzeiten und geringeren Leistungsaufnahme der Schlüssel für die sehr schnell integrierten Schaltkreise. Durch integrierte Schaltkreise auf semiisolierendem Substratmaterial aus Galliumarsenid werden Datenraten größer als 10 Gbits pro Sekunde erreicht, die mit Silizium nicht realisierbar sind. Solche GaAs-Elemente werden schon in speziellen Digitalschaltungen von Großrechnern und Supercomputern eingesetzt, wobei die hohen Kosten von monolithischen GaAs-Schaltungen tragbar sind.

Eine weitere Anwendung von konventionellen Digitalrechnern zum Lasten von Silizium wird durch die problematische und teure Fertigung von monolithischen GaAs-Schaltkreisen verhindert. Schwierigkeiten entstehen bei der Herstellung von hochreinem undotierten semiisolierenden GaAs-Substratmaterial aufgrund der während der Synthese und der Einkristallzüchtung aufgenommenen Verunreinigungen.

Der Verbindungs-Charakter des GaAs verhindert eine vollständige Aktivierung von Dotierungen oder die Behebung von Fehlstellen durch Tempern, da das stöchiometriebestimmende Arsen verdampft. Aus diesem Grund erhält man keine konstanten Schaltkreiseigenschaften häufig innerhalb eines Chips, was – zusammen mit anderen Faktoren – den erreichbaren Integrationsgrad begrenzt. Auf Silizium-Chips von einem Quadratzentimeter können mehr als eine Million Transistoren untergebracht werden, während auf den neuesten GaAs-Chips nur einige Tausend.

Die Wirtschaftlichkeit von GaAs wird auch durch die geringere Größe der Kristallscheiben – erreichbarer Durchmesser sieben bis zehn Zentimeter – reduziert. Der Durchmesser der derzeit verwendeten Silizium-Scheiben ist zwölf bis zwanzig Zentimeter groß (M. Brodsky 1990).

Ein wichtiger Sonderfall der Mikrowellenbauelemente wird durch den sogenannten Gunn-Effekt bedingt. Beim Anlegen eines Gleichfeldes hoher Feldstärke im GaAs werden Elektronen mit Lichtgeschwindigkeit emittiert (Stromoszillationen sehr hoher Frequenz). Der Effekt wird zur Realisierung von Mikrowellenoszillatoren und ultraschnellen Schaltelementen – bis in den GHz-Bereich – verwendet (H.F. Hadamovsky 1985).

2.1.3. Optoelektronische Eigenschaften

Der größte Anwendungsbereich von Galliumarsenid basiert auf seinen optoelektronischen Eigenschaften. Bei der Rekombination von Elektronen mit Defektelektronen wird elektrische Energie in Licht – Aussendung von Photonen – umgewandelt. Dieser physikalische Effekt ist als Elektrolumineszenz oder Lasereffekt bekannt. Die Art der emittierten Strahlung hängt von der Art des Band-zu-Band-Übergangs, s. Abb. 2.2.

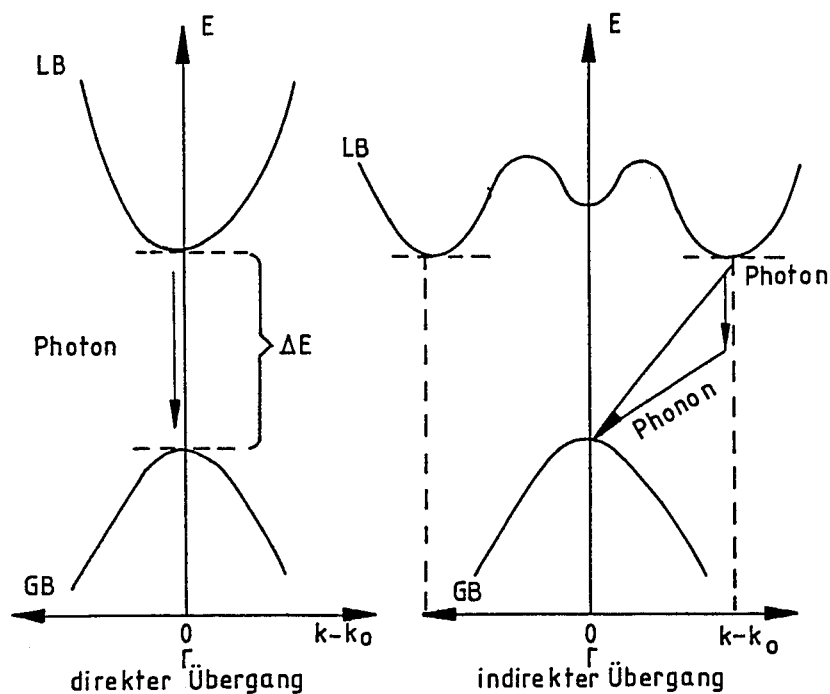


Abb. 2.2: Rekombination bei direktem und indirektem Übergang (H.F. Hadamovsky 1985).

Γ minimaler Bandabstand bei gleichem Wellenzahlvektor

Bei direktem Bandübergang, der ohne Impulsänderung erfolgt (das Minimum des Leitungsbands befindet sich über dem Maximum des Valenzbands), wird die gesamte Rekombinationsenergie in Lichtquanten umgesetzt. Die Strahlung hat kohärenten Charakter. Das Galliumarsenid hat einen direkten Bandübergang.

Bei einem indirekten Bandübergang mit Impulsänderung wird dagegen eine inkohärente Strahlung abgegeben, ein Teil der Energie wird in Wärme in Form von Phononen umgewandelt. Silizium hat einen indirekten Bandübergang.

Die Wellenlänge der emittierten Strahlung hängt von dem Abstand zwischen Leitungs- und Valenzband (Breite der verbotenen Zone) ab. Reines Galliumarsenid emittiert eine Strahlung im nicht sichtbaren Infrarotgebiet, weil der Abstand gerade einer Photonen-

energie unterhalb des sichtbaren Bereichs entspricht. Durch Einbringen von geeigneten Elementen in der Verbindung Galliumarsenid (wie z.B. Aluminium, Indium und Phosphor) kann der Bandabstand größer oder kleiner werden und dadurch die Wellenlänge der Strahlung weiter ins Infrarot oder aber in den sichtbaren Bereich hinein verschoben werden, z.B. vergrößert sich der Bandabstand durch teilweise Substitution des Ga durch Al.

Eine übliche Anwendung dieser physikalischen Eigenschaften ist die lichtemittierende Diode. Lichtemittierende Dioden aus Aluminium-Galliumarsenid oder Galliumarsenid-Phosphid sind aus vielen elektronischen Geräten für Meß- und Steuerzwecke als blinkende rote bzw. gelbe Punkte bekannt. Sie werden in einer Menge von mehreren zehn Millionen jährlich produziert.

Für die Erzeugung von Laserstrahlungen wird im Prinzip eine pn-GaAs-Struktur in Flußrichtung mit einer kritischen hohen Stromdichte ($50000 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$) betrieben. Die erzeugende Strahlung ist von höherer Kohärenz als bei lichtemittierenden Dioden. In Abb. 2.3 wird das Prinzip einer Laserdiode schematisch dargestellt.

Das wichtigste Anwendungsgebiet der Galliumarsenid-Dioden ist die optische Nachrichtenübertragung. Man kann mit Lichtwellen in Glasfasern größere Datenraten über größere Entfernungen transportieren als in konventionellen elektrischen Metallkabeln. Dabei spielt die Laser-Diode auf der einen Seite der Glasfaserleitung für den Fernverkehr die Rolle des elektrooptischen Wandlers. Für den Nahverkehr werden auch einfache GaAs-Infrarot-Emitterdioden verwendet. Glasfasernetze verbinden schon digitale und andere Systeme über transkontinentale Strecken. Sie sind noch im Telefonnetz und im Kabelfernsehen im Einsatz. Dafür sind Indium-Galliumarsenid-Phosphid-Laser besonders geeignet. Sie emittieren bei einer Wellenlänge – 1,3 oder $1,5 \mu\text{m}$ – bei der die Glasfasern die kleinsten Absorptionsverluste zeigen. Laser auf Galliumarsenid Substrat werden in der letzten Zeit in Strichcode-Lasergeräten erfolgreich getestet. Besonders erfolgreich werden Aluminium-Galliumarsenid-Laser in Kompakt-Disk-Geräten und in Computerspeichereinheiten mit optischen Platten eingesetzt.

Vielfersprechend für die Zukunft ist die Anwendung des Galliumarsenids als optoelektronischer Umwandler (Lichtdetektor oder Photodiode) in hochintegrierten elektronischen Schaltkreisen aus Galliumarsenid. Das Zusammenbringen von Laserdetektoren mit Transistoren aus Galliumarsenid auf einem GaAs-Chip wird die Datentransferraten erheblich erhöhen, während die verbrauchte Energie in noch verträglichen Niveaus gehalten wird. Eine solche Entwicklung ist mit Silizium unmöglich (M. Brodsky 1990).

Hochreines oder Cr-dotiertes Galliumarsenid eignet sich aufgrund seines hohen Brechungsindex und seiner hohen Durchlässigkeit für Strahlung im Bereich von 8 bis $12 \mu\text{m}$ Wellenlänge für Linsen und Fenster für Hochleistungs- CO_2 -Laser sowie für andere Infrarot-Optik-Anwendungen (M. Seifert 1985).

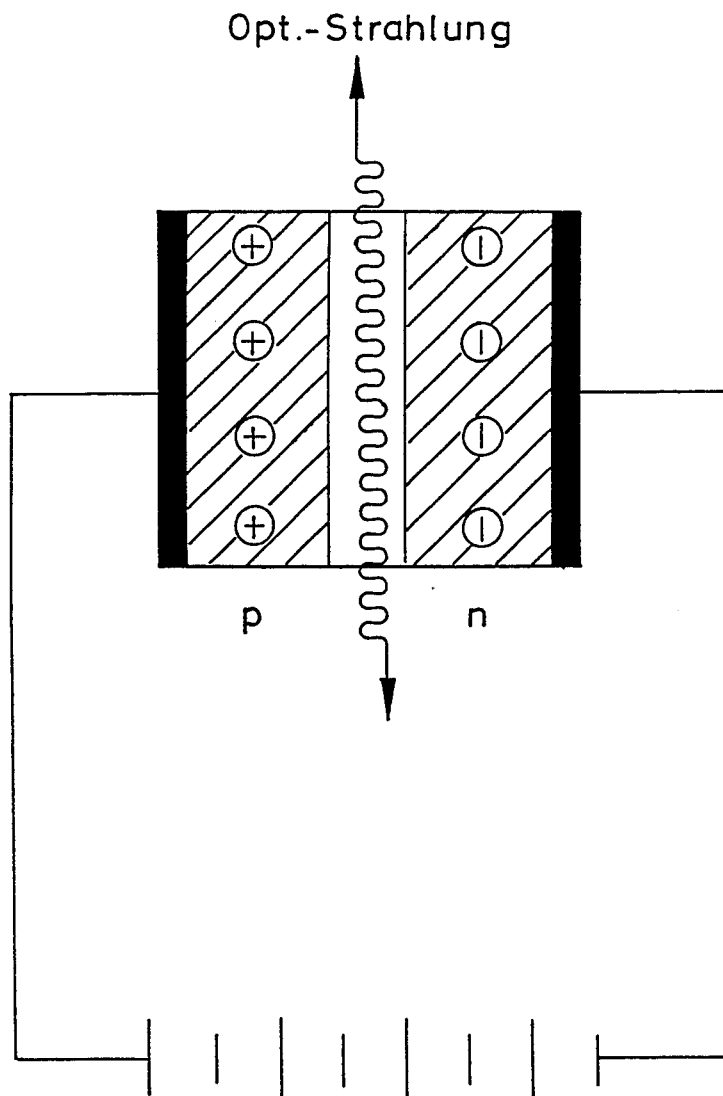


Abb. 2.3: Funktionsprinzip einer Laserdiode (H.F. Hadamovsky 1985).

Solarzellen auf der Basis einkristallinen Galliumarsenids haben bisher den größten Wirkungsgrad von etwa 22 % und zeigen eine relativ niedrige Temperaturempfindlichkeit, deren Wirkungsgradabfall erst weit oberhalb von 100 °C beginnt (W. Krug 1988).

2.1.4. Thermische und mechanische Eigenschaften

Sowohl für die Auslegung einer Kristallzuchtapparatur als auch für die Kristallzüchtung selbst sind die thermischen und mechanischen Eigenschaften von GaAs zu berücksichtigen (s. Tabelle 2.2).

Schmelzpunkt	$T_s = 1511 \text{ K}$
spez. Wärmekapazität	$c_P = 0,434 \text{ J/g}\cdot\text{K}$
Dichte der flüssigen Phase	$\rho_L = 5,72 \text{ g/cm}^3$
Dichte der festen Phase	$\rho_S = 5,316 \text{ g/cm}^3$
Wärmeleitfähigkeit	$\lambda = 0,08 \text{ W/cm K}$
theor. kritische Schubspannung	$\tau_{cr} = 5 \cdot 10^7 \text{ dyn/cm}^2$

Tabelle 2.2: Thermische und mechanische Eigenschaften von GaAs.

2.2. Methoden der GaAs-Einkristallzüchtung

Die größte Bedeutung bei der großtechnischen Herstellung von Halbleiter-Kristallen haben sowohl aufgrund ihrer verfahrenstechnischen Entwicklung und sowie als auch nach der erreichbaren Quantität die Züchtungsmethoden aus der Schmelze. GaAs-Einkristalle werden zur Zeit hauptsächlich aus der Schmelze gezüchtet. Bei der Kristallisation aus der Schmelze besitzt das kristallisierende Material in der Nährphase – der Schmelze – eine mit dem Kristall vergleichbare Dichte. Infolgedessen befinden sich auch die Kräfte und Wechselwirkungen zwischen den entsprechenden Komponenten in der Schmelze und im Kristall in einem miteinander vergleichbaren Zustand (K.-Th. Wilke 1973).

Zur Einkristallherstellung aus der Schmelze wurde eine Vielzahl von Verfahren entwickelt. Die verschiedenen Verfahren ergaben sich aus den besonderen Forderungen, die an die Halbleiterkristalle gestellt werden müssen (R. Anders 1985). Die wichtigsten Forderungen sind:

1. Die Reinheit des Kristallmaterials:

Die extrem hohe Reinheit des Kristalls setzt die Verwendung von einem Ausgangsmaterial der entsprechenden Reinheit voraus. Während der Kristallzüchtung, die bei hohen Temperaturen (1240 °C) durchgeführt wird, dürfen keine Verunreinigungen durch die Ofenanordnung, die umgebende, vor Oxidation schützende Atmosphäre und vor allem durch das Tiegelmaterial eingebracht werden (U. Wiese 1987).

2. Die Verteilung der Dotierung über den Kristall:

Durch den Zusatz von geringen Mengen von Dotierungselementen in dem hochreinen Ausgangsmaterial werden bestimmte elektrische Eigenschaften im Kristall erzeugt. Es wird eine homogene engtoleriertere Konzentrationsverteilung der Dotierungselemente im Kristall angestrebt.

3. Anforderungen an die strukturelle Perfektion der Kristalle:

Die geforderte hohe strukturelle Perfektion der Kristalle wird von Kleinwinkelkorngrenzen und Versetzungslinien gestört. Es werden Kristalle angestrebt, die von Kleinwin-

kelkorgrenzen frei sind und eine möglichst geringe Versetzungsdichte haben. Versetzungen bilden sich hauptsächlich infolge der im Impfling bereits vorhandenen Defekte und von thermischen Spannungen aufgrund von axialen und radialen Temperaturgradienten im Kristall bei der Kristallzüchtung (W. Uelhoff 1987).

Bei der Einkristallzüchtung von Galliumarsenid treten eine Reihe von zusätzlichen Problemen aufgrund des nicht vernachlässigbaren Dampfdruckes des Arsens auf. Das Galliumarsenid dissoziiert bei seinem Schmelzpunkt – der Dissoziationsprozeß findet schon ab niedrigeren Temperaturen kontinuierlich statt – unter beträchtlicher Verdampfung seiner flüchtigen Komponente des Arsens. Wenn das Abdampfen des Arsens nicht verhindert würde, dann würde die Schmelze rasch an Arsen verarmen.

Bisher stand in der Fachliteratur, daß der Arsengleichgewichtsdampfdruck über einer GaAs-Schmelze beim Schmelzpunkt von 1238 °C etwa 0,9 bar beträgt. Reines Arsen weist den gleichen Dampfdruck bei 618 ° auf (M. Seifert 1985).

Neue Erkenntnisse in der Galliumarsenid-Forschung weisen anhand des in Abb. 2.4 geschilderten Gallium-Arsen Zustandsdiagrammes auf einen höheren Arsengleichgewichtsdampfdruck hin.

Das Zustandsdiagramm wurde unter Berücksichtigung von experimentell ermittelten Parametern im IFF des Forschungszentrums Jülich erstellt. Die schmale GaAs-Solidus-Phase wurde durch eine vergrößerte Skala deutlicher dargestellt. Der kongruente Punkt liegt leicht auf der arsenreichen Seite des Diagramms. Bei genau stöchiometrischer GaAs-Schmelze – 50 Atom-% Arsen – entspricht dies einem Arsengleichgewichtsdampfdruck von 2,0 bar. Bei reinem Arsen entsteht der gleiche Dampfdruck bei 653 °C (H. Wenzl 1990).

Unter Berücksichtigung der erwähnten, speziellen Bedingungen der GaAs-Einkristallzüchtung wurden die im folgenden beschriebenen Züchtungsverfahren entwickelt.

2.2.1. Bridgman-Methode

Nach der von Bridgman entwickelten Methode befindet sich die Schmelze, aus der der Kristall hergestellt werden soll, in einem vertikalen Rohr oder horizontalen Boot. Die Erstarrung beginnt an einem Ende der Schmelze und die Erstarrungsgrenze bewegt sich allmählich durch den Aufbau eines Temperaturgradienten in Richtung niedrigerer Temperaturen bis zum anderen Ende der Schmelze hin.

Nach diesem Prinzip sind zwei Variationen entwickelt worden. Das horizontale und das vertikale Bridgman-Verfahren. Für die industrielle Herstellung von GaAs-Einkristallen wird hauptsächlich die horizontale Version angewendet. In Abb. 2.5 wird eine horizontale Bridgman-Apparatur für die Züchtung von Galliumarsenid dargestellt.

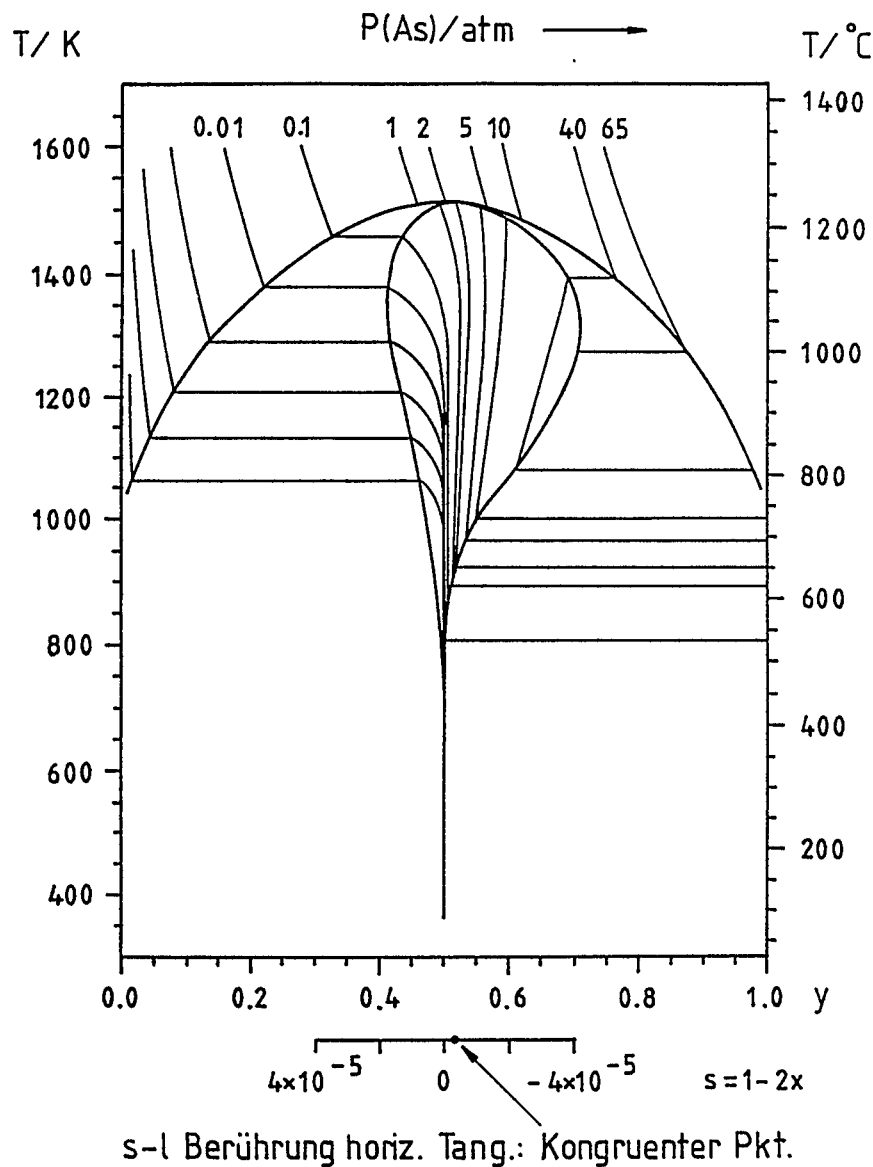


Abb. 2.4: Zustandsdiagramm für Gallium-Arsen und As-Dampfisobaren (H. Wenzl 1990).

Als Rezipient wird eine zugeschmolzene Quarzampulle (Schiffchen) eingesetzt. An einem Ende des Schiffchens befindet sich die GaAs-Schmelze mit einem vorgelegten einkristallinen Keim. Am anderen Ende des Schiffchens liegt die zum Aufbau der Dampfphase notwendige Arsenmenge vor. Zwei getrennte Öfen sorgen für das Erhitzen des Arsens, das Schmelzen des Galliumarsenids sowie für die Aufrechterhaltung

des Gleichgewichtsdampfdruckes des Arsens. Während des Prozesses sollen die Temperaturen so eingelegt werden, daß einerseits eine das Gleichgewicht störende Arsenkondensation verhindert wird und andererseits eine zu erheblich hohem Dampfdruck führende Überhitzung vermieden wird.

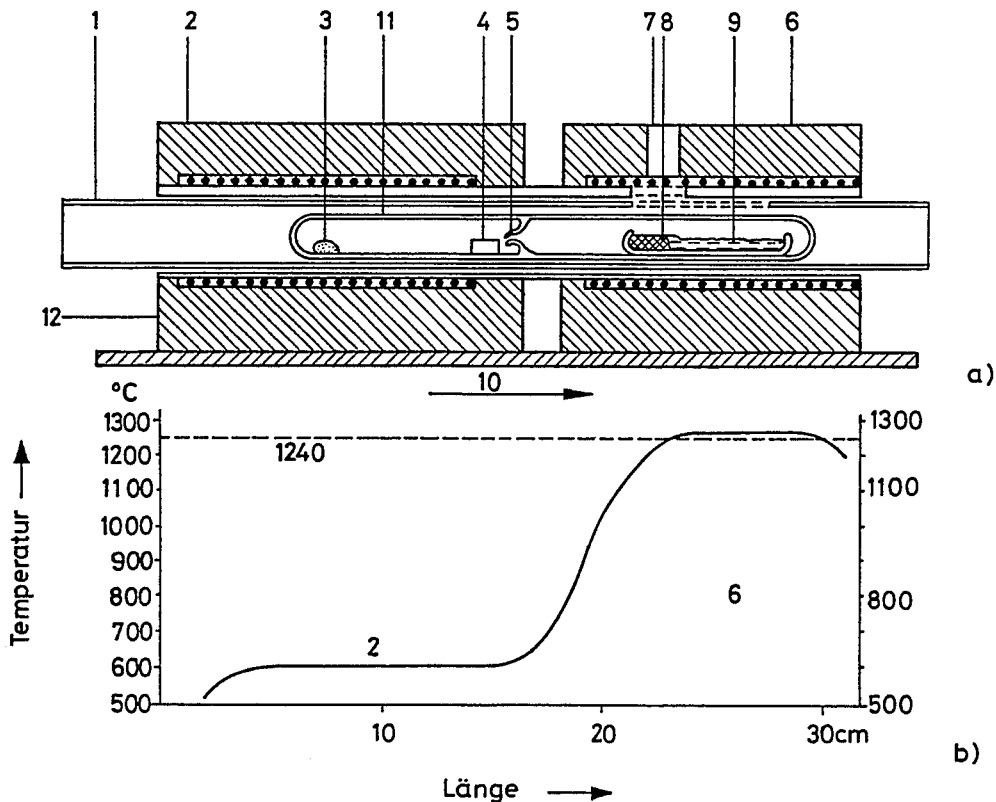


Abb. 2.5: Horizontale Bridgman-Apparatur für die Züchtung von GaAs (nach Weisberg et. al. Gilman) (K.-Th. Wilke 1973).

a) Apparatur; b) Temperaturverlauf

1. Keramikschutzrohr, 2. Ofen I zur Erhitzung des As, 3. Arsen (Dampfdruck: 1,5...2 at), 4. Quarzklotz, 5. mittels 4. aufgebrochene Abschmelzung (das Öffnen von 5. erfolgt nach dem Einstellen des thermischen Gleichgewichts in den beiden Ampullenteilen), 6. Ofen II zum Schmelzen von GaAs, 7. Fenster, 8. Keimkristall, 9. GaAs-Schmelze im Quarzschiffchen, 10. Bewegungsrichtung der Öfen I und II, 11. Quarzampulle, 12. Isolation

Bei der Kristallisation werden die Öfen mit Hilfe der Transportvorrichtung langsam ($1 \text{ bis } 20 \text{ cm} \cdot \text{h}^{-1}$) so verschoben, daß die Schmelze allmählich in einen Bereich niedrigerer Temperatur gelangt und gerichtet erstarrt. Diese Bewegung der Erstarrungsgrenze kann auch durch getrennte Regelung der Temperatur in verschiedenen Zonen des Ofens erfolgen, die den Temperaturgradient innerhalb des Ofens verschiebt. Die Orientierung des Einkristalls wird durch den eingelegten Keimkristall bestimmt. Bei

der Einkristallzüchtung ist eine Bewegung des Schiffchens anstelle der Öfen unbedingt zu vermeiden, da die unvermeidlichen Erschütterungen den Wachstumsprozeß negativ beeinflussen.

Die nach dem horizontalen Bridgman-Verfahren gezüchteten GaAs-Einkristalle können eine relativ niedrige Versetzungsdichte bei $5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$ aufweisen (A.S. Jordan 1988). Unvermeidbar ist jedoch der negative Einfluß der Rohrwandung auf den Kristall. Die Schmelze und der Kristall stehen an der Unterseite mit dem Material des Schiffchens ständig in Kontakt. Dies hat nicht nur eine Verunreinigung des Kristalls zur Folge, sondern ergibt auch Spannungen im Kristall, insbesondere wenn Kristall- und Gefäßmaterialien unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten besitzen. Dies führt zu einer Verschlechterung der Perfektion der Kristalle (M. Seifert 1985). Ein weiterer Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, daß der Tiegel die ungünstige D-Form des Kristalls vorgibt. Dadurch wird die Wirtschaftlichkeit dieses Verfahrens reduziert.

Das vertikale Bridgman-Verfahren befindet sich noch im Stadium der Entwicklung für eine zukünftige industrielle Anwendung in der GaAs-Einkristallzüchtung. Dabei wird die Schmelze in einem senkrecht angeordneten Rohr innerhalb eines Schmelzofens eingebracht. Die Kristallisation findet statt, wenn der Schmelzofen nach oben verschoben bzw. ein Temperaturgradient in Richtung niedrigerer Temperatur durch getrennte Regelung innerhalb eines Mehrzonenofens von unten nach oben aufgebaut wird, wodurch das untere Ende des Rohres in einen kälteren Bereich des Ofens gelangt (W.A. Gault 1986). Die Orientierung des Einkristalls wird durch einen am unteren Ende angeordneten Keimkristall bestimmt. Die Form und die Größe des wachsenden Kristalls wird durch die Rohrwandung vorgegeben. Wie beim horizontalen Bridgman-Verfahren führt auch hier der ständige Kontakt der Schmelze und des Kristalls mit der Rohrwandung zu Verunreinigungen und zur schlechten strukturellen Perfektion der Kristalle, woraus sich die entscheidenden Nachteile des Verfahrens ergeben.

2.2.2. Czochralski-Methode

Bei der Czochralski Einkristallzieh-Methode wird der wachsende Kristall aus der Schmelze herausgezogen (J. Czochralski 1918).

Die nach der Czochralski-Methode entwickelten Einkristallziehverfahren sind zur Zeit bei der Produktion von Halbleiterkristallen guter struktureller Perfektion von großer Bedeutung, nach dem der technische Stand der Züchtungsapparaturen weitgehend optimiert und den speziellen Forderungen der Halbleitertechnik angepaßt wurde.

Bei der Czochralski-Methode, die in Abb. 2.6 schematisch dargestellt wird, wird in einem Tiegel eine bestimmte Menge des vorher gereinigten Halbleitermaterials geschmolzen. Der eventuell geforderte Fremdstoffgehalt im Kristall wird durch den Zusatz einer genau bemessenen Menge des Dotierungsstoffes vor Beginn des Züchtungsvorganges in der Schmelze erreicht.

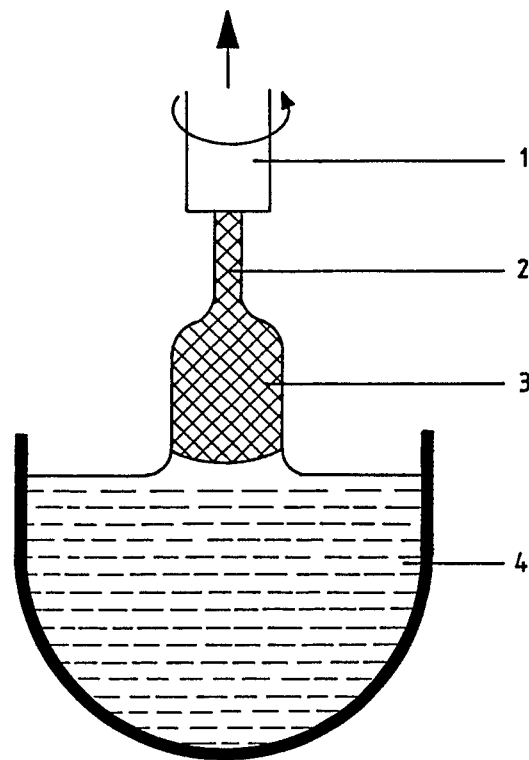


Abb. 2.6: Schema der Czochralski-Züchtungsmethode (K.-Th. Wilke 1973).

1. Halterung für den Keimkristall, 2. Keimkristall, 3. wachsender Kristall, 4. Tiegel mit Schmelze

Ein dünner Impfkristall mit der gewünschten Orientierung und mit einem Durchmesser von wenigen Millimetern, der an einer ständig rotierenden Impfkristallhalterung gehalten wird, wird dicht oberhalb der Schmelzoberfläche angeordnet und durch die von der Schmelze und der Tiegelwandung abgestrahlten Wärme auf eine Temperatur etwas unter dem Schmelzpunkt aufgeheizt.

Der aufgeheizte Impfkristall wird in die Schmelze solange eingetaucht, bis sich an der Phasengrenze das thermische Gleichgewicht eingestellt hat. Dann wird der Impfling mit wachsendem Kristall wieder aus der Schmelze herausgezogen.

Bei richtig eingestellter Temperatur der Schmelze wächst an dem Impfkristall kontinuierlich Material aus der Schmelze an. Die richtige Einstellung der Temperatur der Schmelze kann durch einen um den rotierenden Impfkristall leicht angehobenen Meniskus der Schmelze erkannt werden. Bei zu hoher Temperatur schmilzt der Impfkristall ab, und bei zu niedriger Temperatur verbreitert er sich bei seinem Eintauchen spontan (R. Anders 1985).

Nach der Feststellung eines orientierten Wachstums an den Impfkristall kann der gewünschte Durchmesser des Kristalls während des Ziehens allmählich eingestellt werden. Die Einstellung des Kristalldurchmessers erfolgt während des Ziehens durch Veränderung der Temperatur der Schmelze oder der Ziehgeschwindigkeit des Kristalls. Bei einer Erhöhung der Temperatur der Schmelze oder einer Vergrößerung der Ziehgeschwindigkeit nimmt der Durchmesser des Kristalls ab. Der Kristall rotiert ständig bis zur Vollendung des Ziehvorganges. Unter Umständen wird der Tiegel auch in Rotation versetzt. Durch die Rotation des Kristalls und des Tiegels sollen Unsymmetrien im Temperaturfeld der Schmelze ausgeglichen werden. Außerdem wird teilweise eine bessere Durchmischung der Schmelze erreicht (W. Uelhoff 1987).

Die Czochralski-Methode eignet sich insbesondere für die Herstellung von Halbleiterkristallen, bei denen eine hohe strukturelle Perfektion gefordert wird. Dabei steht der gezogene Kristall im Gegensatz zum Bridgman-Verfahren nicht in Kontakt mit dem Tiegelmaterial und daher werden keine Kraftwirkungen aufgrund von unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von der Tiegelwandung auf den Kristall ausgeübt. Thermische Spannungen bei der Czochralski-Methode treten nur aufgrund der Abkühlungsbedingungen des Kristalls auf (R. Anders 1985).

Noch höhere strukturelle Perfektion wird erreicht, wenn beim Wachstum die Fortsetzung im Kristall der im Impfkristall bereits vorhandenen Versetzungen vermieden wird. Mit einem möglichst dünnen Impfkristall wird ein dünner Kristallhals über eine Länge von mehreren Zentimeter gezogen, wodurch die Versetzungen entlang der Gleitebenen aus dem Kristall herauswandern und so die Versetzungsdichte reduziert bzw. eliminiert werden kann (B.C. und J.G. Grabmaier 1972). Erst nachdem der dünne Kristallhals versetzungsfrei geworden ist, wird der gewünschte Durchmesser des Kristalls allmählich durch Reduzieren der Ziehgeschwindigkeit oder Senken der Schmelztemperatur eingestellt (W. Uelhoff 1987). Beim Ziehen von GaAs-Einkristallen nach der Czochralski-Methode muß das die Stöchiometrie in der Schmelze und im Kristall störende Verdampfen des Arsens weitgehend verhindert werden. Dazu ergeben sich zwei technisch realisierbare Möglichkeiten:

1. Das LEC (liquid encapsulation Czochralski)-Verfahren.
2. Das HWC (Heiß-Wand-Czochralski)-Verfahren.

2.2.2.1. LEC-Verfahren

Die gebräuchlichste Methode zur Züchtung von GaAs-Einkristallen, die auch für industrielle Herstellung angewendet wird, ist zur Zeit das LEC-Verfahren.

Beim LEC-Verfahren wird die Oberfläche der Schmelze der halbleitenden Verbindung völlig von einer anderen Schmelze abgedeckt, die das Abdampfen der leicht flüchtigen Komponente (z.B. des Arsens) verhindert. Auf dieser Anordnung lastet der Druck eines Inertgases (z.B. Argon oder Stickstoff). Der Druck des Inertgases muß deutlich den Dampfdruck der leichtflüchtigen Komponente übersteigen. In Abb. 2.7 wird das

den Dampfdruck der leichtflüchtigen Komponente übersteigen. In Abb. 2.7 wird das Prinzip des LEC-Verfahrens schematisch dargestellt.

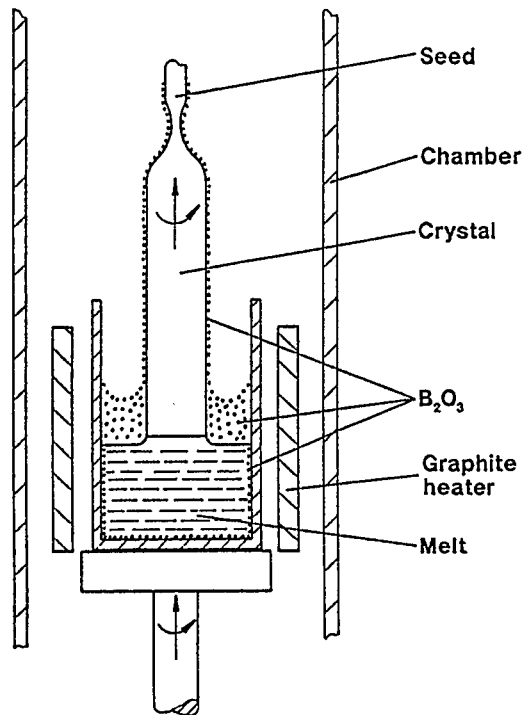


Abb. 2.7: Prinzip der Liquid-Encapsulation-Methode.

Für die Auswahl der Substanzen für die Schmelzschuttschicht gelten folgende Bedingungen:

- ihre Dichte muß geringer sein als die der geschmolzenen halbleitenden Verbindung,
- ihr Dampfdruck muß bei der Betriebstemperatur gering sein,
- sie dürfen die halbleitende Verbindung nicht verunreinigen und mit ihr oder mit dem Tiegel nicht reagieren,
- die halbleitende Verbindung muß in ihr unlöslich sein (K.-Th. Wilke 1973).

Unter diesen Bedingungen eignet sich besonders als Schutzschicht geschmolzenes Boroxid (B_2O_3). Es hat einen niedrigen Dampfdruck, der erst über $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ merklich wird, und ist chemisch sehr stabil. Es hat sich gezeigt, daß das Boroxid aufgrund seiner guten Löslichkeit für Metalloxide die dem Halbleitermaterial anhaftenden Oxidspuren und auch andere Verunreinigungen in seiner Schmelze lösen kann. Die glasklare B_2O_3 -Schmelze behindert nicht die Beobachtung des Ziehvorgangs. Das Boroxid wird durch Behandlung mit heißem Wasser oder Methanol entfernt. Da das Boroxid hygroskopisch

ist, muß es vor seinem Einsatz als Schmelzschuttschicht 24 h unter Vakuum bei 1000 °C gründlich entwässert werden.

Der Ziehvorgang beginnt wie beim regulären Czochralski-Verfahren nach Beobachtung des Meniskus. Zuerst senkt man die Temperatur bis zum Erreichen des Solldurchmessers ab. Dann wird sie über einen relativ langen Zeitraum konstant gehalten und zum Schluß wieder leicht erhöht. Man hat schon mit dem LEC-Verfahren Einkristalle mit einer Masse von mehreren Kilogramm und einem Durchmesser von 50 bis 100 mm hergestellt.

Durch die Rotation von Kristall und Tiegel werden Asymmetrien des Temperaturfeldes ausgeglichen. Das Absinken der Schmelzoberfläche im Tiegel kann durch einen Tiegelhub kompensiert werden. Für die Heizung werden Graphitheizer verwendet.

Bei der Züchtung von GaAs-Einkristallen mit dem LEC-Verfahren kann man den Ziehvorgang mit optischen Verfahren schlecht steuern. Die unruhige Boroxidoberfläche verhindert eine stabile Abbildung der Phasengrenze. Weitere Schwierigkeiten entstehen aus der allmählichen Eintrübung der Boroxidschmelze und dem Bedampfen der Rezipientenfenster. Infolgedessen hat sich für GaAs international die Kristallwägetechnik durchgesetzt.

Ein weiterer Nachteil entsteht beim LEC-Verfahren durch die wärmeisolierende Wirkung der Abdeckschmelze, die üblicherweise etwa 15 mm dick ist, und die Forderung nach einem hinreichend hohen axialen Temperaturgradienten, um das Kristallwachstum zu ermöglichen. Das GaAs muß oberhalb der Boroxidschicht soweit abgekühlt sein, daß es nicht in nennenswertem Maße dissoziiert. Dies hat die Bildung eines axialen Temperaturgradienten von etwa 200 K cm^{-1} zur Folge. Aufgrund dieser sprunghaften Temperaturänderung ergeben sich Kristallspannungen beim Wachstum, die eine minimale Versetzungsdichte von $2 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$, durchschnittlich von $5 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$, verursachen. Der Einsatz von versetzungsfreien Keimen in Verbindung mit der Dünnhalstechnik oder die Änderung der Dicke der Boroxidschicht haben nicht zu einer wesentlichen Verbesserung der Kristallperfektion geführt (M. Seifert 1985).

2.2.2.2. Heiß-Wand-Czochralski-Verfahren

Bei diesem Verfahren wird die Aufrechterhaltung der Stöchiometrie in der Schmelze und im Kristall durch die Anwesenheit einer As-Gleichgewichtsatmosphäre erzielt, die das Abdampfen des Arsens aus der Schmelze ständig ausgleicht. Unter dem Arsen dampfdruck befinden sich Schmelze und As-Atmosphäre im Gleichgewichtszustand, wobei genau so viele Arsenatome – in Form von As_2 und As_4 – aus der GaAs-Schmelze verdampfen, wie gleichzeitig von ihr aus der Dampfphase aufgenommen wird (R. Gremelmaier 1956).

Die Einstellung des erforderlichen As-Gleichgewichtsdampfdrucks bis $p(\text{As}) = 2 \text{ bar}$ erfolgt durch das genaue Aufheizen während der Kristallzüchtung von reinem Arsen

auf die Gleichgewichtstemperatur. Die Aufrechterhaltung dieses As-Druckes erfordert zusätzlich das Aufheizen des gesamten Rezipienten auf eine Temperatur, die mindestens so hoch wie die Temperatur der As-Quelle ist. Die daraus bedingte hohe Betriebstemperatur im Rezipient und die starke Aggressivität der As-Dämpfe verursachen erhebliche Schwierigkeiten bei der technischen Realisierung von Kristallziehapparaturen nach dem HWC-Verfahren (H. Wenzl 1991).

Die einfachste Lösung bietet eine von Gremmelmaier entwickelte Quarzglasapparatur. Das Quarzglas weist eine ausreichende Resistenz gegenüber As-Dämpfen auf. In einer fortentwickelten Version dieses Prinzips wird eine GaAs-Kristallziehapparatur, s. Abb. 2.8, im IFF des Forschungszentrums Jülich betrieben.

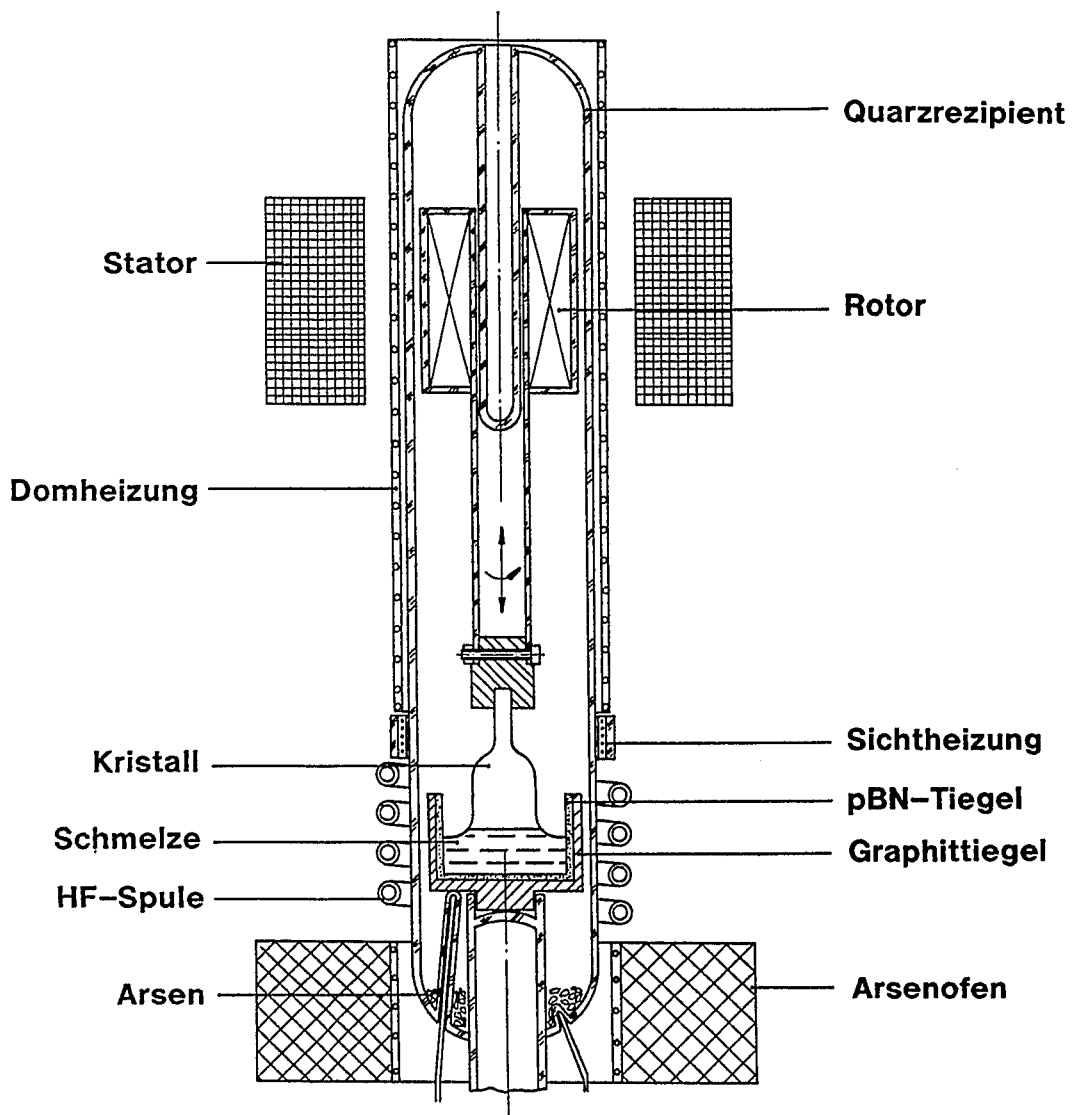


Abb. 2.8: Schema der im IFF des Forschungszentrums Jülich betriebenen kleinen GaAs-Kristallziehapparatur.

Nach diesem Konzept wird ein abgeschmolzenes Quarzglasrohr als Rezipient verwendet. Dadurch wird auf Durchführungen und Dichtungen, die besonders arsenempfindlich sein könnten, ganz verzichtet. Metallische Teile werden zum Arsenschutz in Quarzglas ebenfalls eingeschmolzen.

Die GaAs-Schmelze befindet sich in einem dünnwandigen pBN (pyrolytischer Bornitrit)-Tiegel, der seinerseits innerhalb eines dickwandigeren Graphittiegels eingesetzt wird. Der pBN-Tiegel soll die Aufnahme der GaAs-Schmelze vor allem von Kohlenstoff sowie von anderen Verunreinigungen aus dem Graphittiegel verhindern. Die Schmelze wird durch eine das Quarzglasrohr umgebende Hochfrequenzspule beheizt. Der Graphittiegel dient dabei als Suszeptor.

Am unteren Teil des Rezipienten befindet sich die As-Quelle mit reinem Arsen, die dem Aufbau des geforderten As-Gleichgewichtsdampfdrucks dient. Sie wird von einem sich außerhalb des Quarzglasrohres befindenden Ofen separat beheizt. Dadurch kann der erforderliche As-Gleichgewichtsdampfdruck mittels der in der As-Quelle herrschenden Temperatur eingestellt werden.

Die Sichtheizung wärmt einen Teil der Wandung des Rezipienten oberhalb des Tiegels so weit auf, daß es dort nicht zur GaAs-Kondensation kommt. Dadurch wird die für die Beobachtung des Impfvorganges und des Kristallwachstums erforderliche Sicht ermöglicht.

Durch Rotation und vertikale Verschiebung von Magneten, die außerhalb des Rezipienten stehen, werden die Rotations- und Ziehbewegungen auf dem Impfkristallhalter, der mit einem im Quarzglas eingeschmolzenen Eisenkern, Rotor, verbunden ist, übertragen. Der möglichst erschütterungsfreie Lauf dieser Vorrichtung ist von maßgebender Bedeutung für die strukturelle Kristallperfektion.

Über der Sichtheizung befindet sich eine rohrförmige Heizung zum Aufheizen des gesamten oberen Teils des Rezipienten auf ca. 700 °C. Es ist von ausschlaggebender Bedeutung für die richtige Einstellung des stöchiometrischen As-Gleichgewichtsdampfdruckes, daß die As-Quelle mit der entsprechenden Temperatur die relativ kälteste Stelle während des Ziehvorganges im gesamten Rezipient bleibt. Außerdem muß insbesondere im oberen Teil des Rezipienten eine As-Kondensation aufgrund von unzulässig tiefen Temperaturen vermieden werden. Das in dem engen Spalt zwischen Rotor und Rezipientwand kondensierte Arsen könnte aufgrund eines dadurch behinderten Laufes des Rotors unzulässige Spannungen in der Wandung zur Folge haben und damit zum Bruch der Quarzglaswand führen.

Mit der beschriebenen Apparatur wurden zahlreiche GaAs-Kristallzüchtungsversuche im IFF des Forschungszentrums Jülich durchgeführt. Dabei wurden im ersten Schritt in Blasenbildungsexperimenten unter B₂O₃-Abdeckung (Poster DGKK-Jahrestagung 1990) als Gleichgewichtsbedingungen $p(\text{As}) = 2,0 \text{ bar}$ und $T(\text{As}) = 653 \text{ °C}$ ermittelt.

Unter diesen Bedingungen wurden Einkristalle mit $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Orientierung hergestellt. Diese Einkristalle wiesen eine hohe strukturelle Perfektion auf, wobei die EPD von $10^2 - 10^3 \text{ cm}^{-2}$ variierte. Der hohe spezifische Widerstand, 10^6 bis $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$, und die hohe Reinheit bei nur geringen Verunreinigungen durch Si und B sowie Cr, Fe, Zn, Ag und Te, bewiesen den semiisolierenden Charakter des hergestellten Galliumarsenids.

Außerdem bietet diese Anlage die Möglichkeit, während des Versuchs über die Änderung der As-Quellentemperatur die Stöchiometrie der Schmelze bzw. des Kristalls zu variieren und dadurch die Abhängigkeit der Kristalleigenschaften von der Stöchiometrie zu untersuchen.

3. Entwicklung einer Kristallziehapparatur aus Quarzglas zur Herstellung von großdimensionierten und hochqualitativen GaAs-Einkristallen

3.1. Zielsetzung

Mit dem zunehmenden Einsatz von Galliumarsenid in der Mikro-, und Optoelektronik steigt das Interesse an einem industriellen und marktfähigen Verfahren zur Züchtung von großdimensionierten GaAs-Einkristallen von hoher struktureller Perfektion und Reinheit. Die bisher eingesetzten Verfahren (horizontales Bridgman und LEC) können die Anforderungen an die Kristallqualität nicht immer erfüllen. Die erfolgreiche Erprobung der Heiß-Wand-Czochralski-Technik im IFF des Forschungszentrums Jülich öffnet z.Z. einen Weg zur Realisierung eines großtechnischen Verfahrens für die Herstellung von hochqualifizierten GaAs-Einkristallen.

Zu diesem Zweck ist die systematische Durchführung und analytische Untersuchung einer ganzen Reihe von Entwicklungsschritten erforderlich.

Zuerst soll die Herstellung von großdimensionierten GaAs-Einkristallen – Durchmesser 2 – 3 Zoll – mit der erwünschten Qualität nach dem HWC-Verfahren und basierend auf den mit der kleineren Anlage gemachten Erkenntnissen erprobt werden. Dazu gehört die Erfüllung eines vollständigen Versuchsprogramms, das die Untersuchung der Parameter beinhaltet, die zur kontrollierten Vergrößerung bzw. Variation des Durchmessers zur maximalen Verminderung der Versetzungsdichte und zur Erhöhung der Reinheit der Kristalle beitragen.

Ferner sollte der Einfluß dieser Parameter auf die physikalischen Eigenschaften der Kristalle behandelt werden, insbesondere der Einfluß des As-Dampfdruckes auf die Stöchiometrie der Schmelze bzw. des Kristalls und dadurch auf die Kristalleigenschaften.

Der Nachweis der Herstellung von technisch verwendbaren GaAs-Einkristallen nach diesem Konzept wird einen entscheidenden Schritt zur industriellen Anwendung des HWC-Verfahrens leisten.

Angesichts dieses Zieles war die Entwicklung einer geeigneten Versuchsanlage erforderlich. Die technische Realisierung dieser Anlage setzte die Lösung einer Vielfalt von technischen Problemen voraus, die durch die herrschenden Bedingungen (As-Atmosphäre, Betriebstemperatur 700 °C) entstehen. Zu diesem Zweck wurde ein neues technisches Konzept entwickelt. Eine wichtige Rolle spielt dabei eine vom IGV des Forschungszentrums Jülich entwickelte magnetisch gelagerte Dreh- und Ziehvorrichtung. Dieses System kann durch berührungslose Lagerung die Ziehwellen reibungsfrei bewegen, was durch einen erschütterungsfreien Lauf eine höhere Kristallperfektion ermöglicht.

Darüberhinaus bietet das System die Möglichkeit, über elektronische Gewichts- und Drehmomentmessungen den aktuellen Kristalldurchmesser anzugeben.

3.2. Basis-Probleme

Wegen der besonders ungünstigen Bedingungen, die bei der GaAs-Kristallzucht herrschen, entsteht eine Vielfalt von Basis-Problemen mechanischer, thermischer und chemischer Natur, ohne deren Lösung die technische Realisierung einer Anlage nicht möglich scheint. Hauptquellen dieser Probleme sind die starke chemische Aggressivität sowie die Toxizität der As-Dämpfe und deren Verbindungen und die hohe Betriebstemperatur, die beim HWC-Verfahren erforderlich ist. Die verschiedenen Bereiche einer HWC-Apparatur werden mit Temperaturen von 650 – 1400 °C belastet.

Zusammenfassend sind folgende grundsätzliche Fragen zu klären:

- Heiße As-Dämpfe weisen eine starke Aggressivität gegen konventionelle metallische Werkstoffe auf. In zahlreichen Korrosionstests unter reiner As-Atmosphäre wurde die Anfälligkeit (Ungeeignetheit) – unzulässig große Korrosionsschichten – der getesteten konventionellen metallischen Werkstoffen gezeigt. Eine ausreichende As-Resistenz wiesen nur manche superlegierte Stähle oder nichteisenhaltige Metalle mit beschränkten Verarbeitungsmöglichkeiten auf. Bis zur Erstellung des Konzeptes dieser Apparatur war kein metallischer Werkstoff bekannt, der die gestellten Anforderungen an As- und Temperaturbeständigkeit, Verarbeitbarkeit erfüllen könnte.
- Der Kristallzuchtraum, der durch den Rezipient begrenzt wird, muß ausreichend dicht sein. Die gewünschte Leckrate liegt bei etwa $10^{-5} - 10^{-6} \frac{\text{mbar} \cdot \text{lit}}{\text{sec}}$. Einerseits muß das Austreten des aggressiven und toxischen, insbesondere in Verbindung mit Sauerstoff gesundheitsgefährdenden Arsendampfes, und andererseits das Eintreten von störenden Verunreinigungen in den Zuchtraum vermieden werden. Außerdem würde der ständige, unkontrollierte Verlust von Arsen aus dem Rezipient die Gleichgewichtsbedingungen stören. Es macht der Einsatz von hochtemperaturbeständigen Dichtungen, die für mindestens einen Ziehvorgang arsenbeständig sind, für alle Flanschen und einzelnen Durchführungen erforderlich. Die Erprobung von verschiedenen Metall- und Graphitdichtungen haben bisher keine ausreichenden Ergebnisse gebracht.
- Druckfestigkeit des Rezipienten. Der Rezipient muß bei Betriebstemperatur von 700 °C eine ausreichende Druckfestigkeit für einen inneren Überdruck von mind. $p = 3 \text{ bar}$ aufweisen.
- Genaue Einstellung des stöchiometrischen As-Dampfdruckes. Zum Aufbau der für die Erhaltung der Stöchiometrie der Schmelze erforderlichen As-Atmosphäre ($p(\text{As}) = 2,0 \text{ bar}$) muß die As-Quelle ständig genau auf die Gleichgewichtstemperatur von 653 °C separat beheizt werden. Die As-Quelle soll von den thermischen Verhältnissen im Rezipient möglichst entkoppelt sein. Die Steuerung der Temperatur der As-Quelle

soll nach dem durch ein geeignetes Druckmeßsystem erfaßten As-Druck im Rezipient erfolgen.

- Beherrschung der verschiedenen Temperaturfelder, die zur optimalen Prozeßführung erforderlich sind. An keiner Stelle der Apparatur darf die Gleichgewichtstemperatur von 653 °C zur Aufrechterhaltung der erwünschten Stöchiometrie unterschritten werden. Wünschenswert ist für die Rezipientwände eine Temperatur von 700 °C. Parallel muß eine zur unzulässigen Werkstoffermüdung und Überlastung der Heizkreise führende Überhitzung des Rezipienten vermieden werden. Dazu ist die Entwicklung eines geeigneten Temperaturmeßsystems über die gesamte Apparatur sowie des entsprechenden Regelsystems zur möglichst besseren Steuerung des Ziehvorgangs und zum optimalen Betrieb der Apparatur erforderlich.
- Für den Einsatz der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung bei der HWC-Apparatur ist ein spezielles Heiz- und Kühlsystem erforderlich. Dieses System soll sowohl für die Temperierung der inneren Rezipientwandung auf 700 °C als auch des außenliegenden Lagerstators der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung auf Raumtemperatur (20 ± 5 °C) sorgen. Der Lagerstator muß vor einer Überhitzung geschützt werden. Darüberhinaus ist eine Temperaturdrift der Regelungselemente der magnetischen Lagerung, die oberhalb von 25 °C verstärkt auftritt, zu vermeiden. Die Entwicklung dieses Systems wird durch die Platzeinschränkungen, die durch die magnetische Lagerung gegeben sind, erschwert.
- Zur Überwachung des Ziehvorganges ist ein beheizbares optisches System notwendig. Die einwandfreie Beobachtung der Schmelzoberfläche und des herauswachsenden Kristalls ist von entscheidender Bedeutung für die Durchführung des gesamten Züchtungsvorganges. Durch ausreichendes Beheizen muß eine Beschlagung des optischen Systems durch Galliumarsenid weitgehend vermieden werden.
- Zusätzliche Sicherheitsmaßnahmen sollen vor einem As-Austreten aus dem Rezipienten, z.B. bei einem Ausfall der Dichtungen, schützen. Die austretenden As-Dämpfe müssen vollständig abgefangen werden, um eine Vergiftung der Umwelt zu verhindern. Spezielle Schutzvorrichtungen und Abzüge sind nach den sicherheitstechnischen Vorschriften zu entwickeln.
- Handhabung und Zugänglichkeit der Anlage. Hierzu gehören das Konzipieren der Montage bzw. Demontage der Anlage, das Entfernen des Kristalls und das Nachfüllen des Tiegels sowie einfache Reinigungs- und Wartungsarbeiten.

3.3. Technisches Konzept

Von entscheidender Bedeutung für das Konzept der neuen Anlage war die Auswahl eines geeigneten Werkstoffs für den Rezipient. Aufgrund des Mangels an geeigneten metallischen Werkstoffen in der Zeit der Konzepterstellung fiel die Entscheidung für das bei der kleineren HWC-Anlage eingesetzte Quarzglas. Im Handel vorhandenes

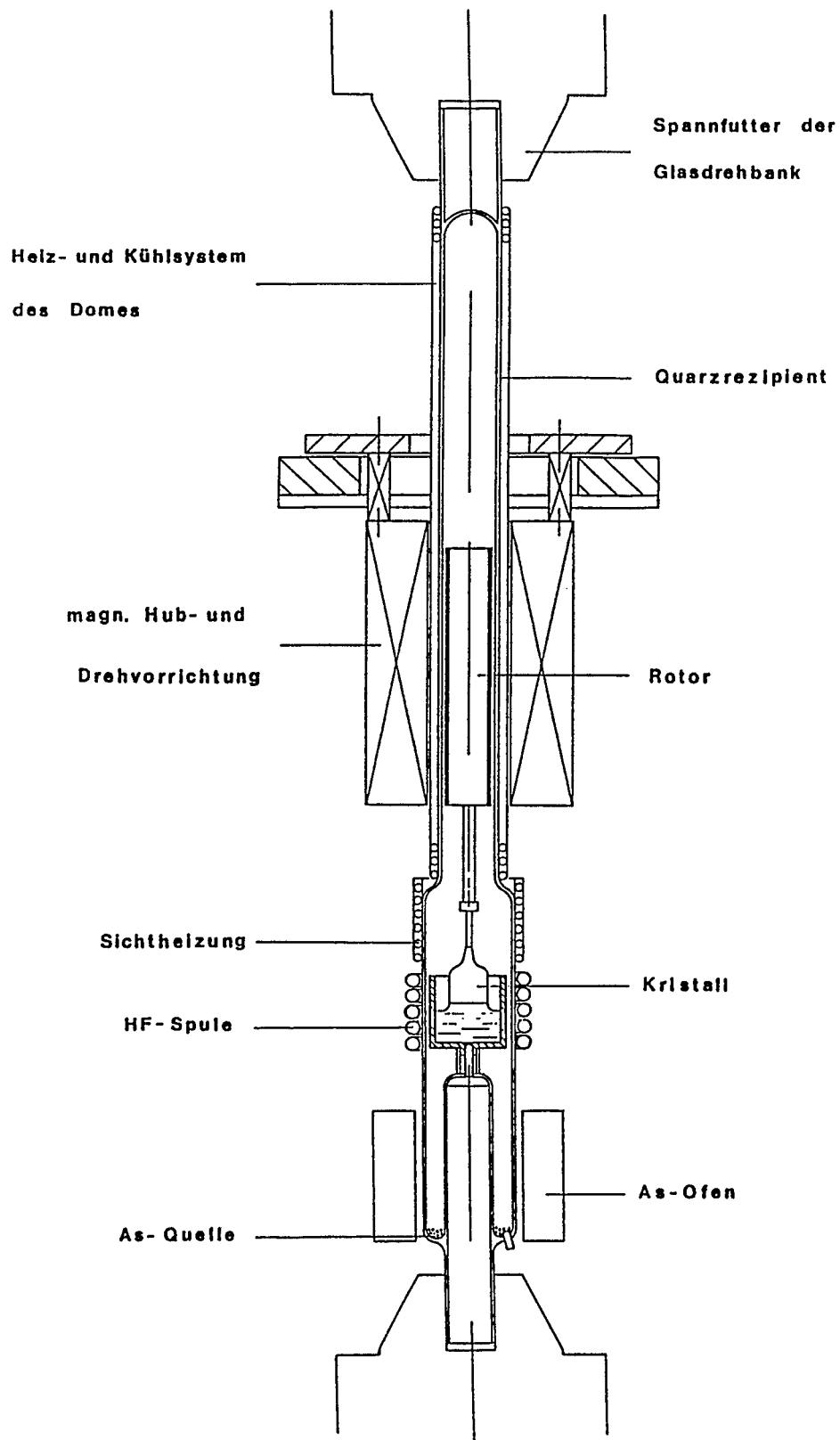


Abb. 3.1: Prinzip der erstellten HWC-Quarzglasapparatur zur Züchtung von GaAs-Einkristallen.

Quarzglas erfüllt ausreichend einige wichtige Anforderungen der GaAs-Kristallzuchtung:

- Arsen- und Hochtemperaturbeständigkeit,
- Reinheit, geringer Spurengehalt,
- gute optische Durchlässigkeit im infraroten Spektralbereich,
- Verfügbarkeit an großdimensionierten Präzisions-Halbzeugen.

Außerdem wird beim Quarzglas-Rezipient auf hochtemperaturempfindliche und korrosionsanfällige Durchführungen und Dichtungen ganz verzichtet. Dadurch kann im evakuierten Zustand beim abgeschmolzenen Rezipient eine hohe Dichtheit erreicht werden. Metallische Teile, die sich innerhalb des Kristallzuchtraums befinden, werden zum Arsenschutz ebenfalls in Quarzglas eingeschmolzen.

Parallel mußten die Nachteile des Einsatzes von Quarzglas – Bruchgefahr, problematische Handhabung – im Kauf genommen werden.

Die Größe der neuen Apparatur wurde durch die Kristallabmessungen – Durchmesser 3 Zoll, Länge 400 mm – bedingt. Für den Quarzglas-Rezipient ergibt sich eine gesamte Länge von ca. 2 m. Er besteht aus zwei rohrförmigen Teilen, die vor jedem Versuch nach Beendigung aller Vorbereitungen im eingespannten Zustand zusammengeschmolzen werden müssen. In der eingespannten Lage bleibt der Rezipient bis zu seiner Öffnung nach der Beendigung des Zuchtprozesses, um den gewachsenen Kristall zu entfernen und die Apparatur neu zu beladen. Für das Einspannen, Zusammenschmelzen und Auftrennen der beiden großen Rezipiententeile ist eine vertikale Glasdrehmaschine erforderlich, die gleichzeitig das Grundgestell der Anlage darstellt.

Diese Maschine ist mit einem vertikal bewegbaren Maschinensupport versehen. An diesem Support wird eine spezielle Trägervorrichtung zur Halterung und Justierung der magnetischen Lagerung angeschlossen. Der fein einstellbare Vorschub des Maschinensupports bewirkt die vertikale Bewegung der Lagerstatoren und damit den erforderlichen Hub der Ziehwellen.

In dem engen Spalt zwischen Lagerstator und Außenwand des Rezipienten liegt das Heiz- und Kühlsystem für die Temperierung des oberen Teils des Rezipienten (Dom) und zum Wärmeschutz der Lagerstatoren.

Durch die bei der Ziehwellen angewandte Magnetlagertechnik könnte eine Hub- und Drehbewegung des Schmelztiegels erfolgen. Dazu wurde eine Computersimulation durchgeführt. Danach kann die bestmögliche Temperatursymmetrie im Schmelztiegel und insbesondere unmittelbar unter dem wachsenden Kristall durch eine gleichzeitige, gegenläufige Rotation von Kristall und Tiegel erreicht werden. Andererseits macht die Simulation deutlich, daß es in diesem Falle in der Schmelze zur Ausbildung einer

Taylor–Proudman–Zelle (J.R. Carruthers 1968) kommt, bei der sich typischerweise die Konvektion hauptsächlich auf den Bereich unterhalb des Kristalls beschränkt. Bei ruhendem Tiegel ergibt sich nach der Simulationsrechnung eine Ausbreitung der Konvektion im gesamten Tiegelbereich (M. Michelcic 1984). Zunächst wurde deshalb auf eine Tiegelrotation verzichtet, da dadurch keine grundlegenden Nachteile auftreten sollten, dies aber die Anlage wesentlich vereinfacht.

Die übrigen Komponenten der Apparatur sind im Prinzip ähnlich wie bei der kleinen Anlage, Kap. 2.2.2.2. Sie unterscheiden sich hauptsächlich in den größeren Abmessungen.

In Abbildung 3.1 wird das Prinzip der neuen HWC–Apparatur schematisch dargestellt.

Unter Berücksichtigung der eventuellen Bruchempfindlichkeit des Quarzglas sowie der größeren einzusetzenden As–Mengen wurden verstärkte Sicherheitsmaßnahmen unternommen. In dem separaten und abgeschlossenen Versuchsraum wird die Apparatur von einer zweistufigen Schutzvorrichtung umgeben. Jede Stufe der Schutzvorrichtung wird separat gekühlt und ist mit einer Absaugvorrichtung ausgerüstet. Das toxische, staubförmige As_2O_3 , das sich im Fall eines Quarzglasbruchs durch die austretenden As–Gase in Verbindung mit Sauerstoff bildet, wird dann hauptsächlich von der Absaugvorrichtung entfernt oder an die gekühlten Wände der ersten Schutzvorrichtung abgelagert. As_2O_3 –Staubreste werden von der zweiten Stufe vollständig abgefangen, ohne daß sich der As_2O_3 –Staub in dem Versuchsraum ausbreitet.

Die gesamte Anlage, ohne die Meß– und Steuereinrichtungen, wird in der beiliegenden maßstäblichen Zusammenstellung (Abbildung 3.2) dargestellt.

Die verschiedenen Komponenten sowie der Ein– und Ausbau der Anlage werden in den folgenden Unterpunkten detailliert behandelt.

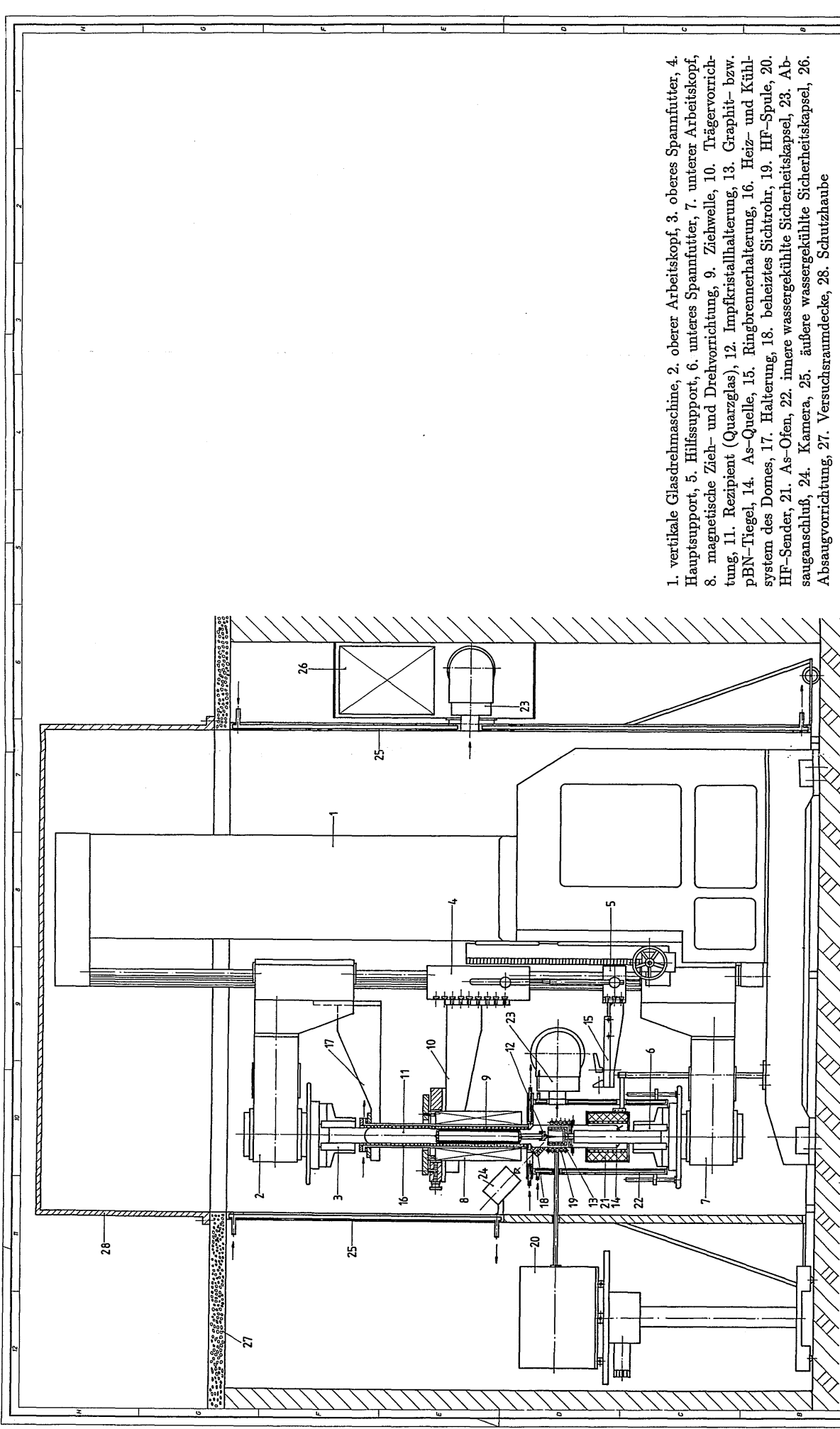
3.4. Aufbau und Funktion der Anlagen–Komponenten

3.4.1. Vertikale Glasdrehmaschine

Das Grundgestell der Anlage ist eine vertikale Glasdrehmaschine (s. Zusammenstellung, Abb. 3.2), die von der Firma H. Arnold in Weilburg an der Lahn gebaut wurde.

3.4.1.1. Technische Daten

Die Gesamthöhe der Glasdrehmaschine beträgt 4500 mm, die Standfläche 1800 mm × 2450 mm und die Aufstellfläche (ohne Steuereinrichtung) 2400 mm × 2600 mm. Die gesamte Maschine wiegt etwa 9000 Kp.



- 1. vertikale Glasdrehmaschine, 2. oberer Arbeitskopf, 3. oberes Spannfutter, 4. Hauptsupport, 5. Hilfsupport, 6. unteres Spannfutter, 7. unterer Arbeitskopf, 8. magnetische Zieh- und Drehvorrichtung, 9. Ziehrolle, 10. Trägervorrichtung, 11. Rezipient (Quarzglas), 12. Impfhalterung, 13. Graphit- bzw. pBN-Tiegel, 14. As-Quelle, 15. Ringbrennerhalterung, 16. Heiz- und Kühlsystem des Domes, 17. Halterung, 18. beheiztes Sichtrohr, 19. HF-Spule, 20. HF-Sender, 21. As-Ofen, 22. innere wassergekühlte Sicherheitskapsel, 23. Absauganschluß, 24. Kamera, 25. äußere wassergekühlte Sicherheitskapsel, 26. Absaugvorrichtung, 27. Versuchsraumdecke, 28. Schutzhaube

Scharfe Kanten 0,1 gebrochen												Auftrags-Nr.		Benennung		Mittel		Zusammenstellung der HWC-Anlage	Abb. 3.2	Formel					
Angaben zur Oberflächengüte nach DIN ISO 1225												grz		Tag		Name									
Freiwinkel nach DIN 7168-m-S												Scharf													
												Nicht													
Nennmaß- Bereich in mm												über bis		über bis		über bis		Nicht							
0,5												6		30		120		400		1000		2000			
6												30		120		400		1000		2000		4000			
Abweichung in mm												±0,1		±0,2		±0,3		±0,5		±0,8		±1,2		±2	
Abweichung auf Steuerung in mm												0,0008		0,001		0,001		0,001		0,001		0,001		0,001	
Anhaltungsangabe												Nicht		Nicht		Nicht		Nicht		Nicht		Nicht			
Kontroll-Nr.												Kontroll-Nr.		Kontroll-Nr.		Kontroll-Nr.		Kontroll-Nr.		Kontroll-Nr.		Kontroll-Nr.			

Der maximale Abstand zwischen den Backen des oberen und des unteren Spannfutters beträgt 2660 mm. Die zur Bearbeitung der Glasteile erforderliche Drehung erfolgt durch eine motorisch angetriebene Spindel. Die Drehzahl der Arbeitsspindel ist einstellbar und kann zwischen 4 und 80 Umdrehungen pro Minute variieren.

Der Vorschub des oberen Arbeitskopfes erfolgt durch einen motorischen Antrieb, der des unteren Arbeitskopfes durch einen Handradantrieb.

Im mittleren Bereich der Maschine befinden sich zwei fahrbare Supports, der größere (Breite = 600 mm × Tiefe = 600 mm) Haupt-, und der kleinere (Breite = 136 mm × Tiefe = 600 mm) Hilfsupport. Beide Supports sind zum Anschluß für zu tragende Teile mit T-Nuten versehen. Der Hauptsupport kann durch einen motorischen Vorschubantrieb sowohl in Vorschub als auch in Eilgangbewegung versetzt werden. Eine Schleppleinrichtung ermöglicht im gegebenen Fall das Mitnehmen des Hilfsupports. Die Geschwindigkeit des langsamen Vorschubs des oberen Arbeitskopfes oder des Hauptsupports kann durch den Kugelgewindespindel-Antrieb mit einer Genauigkeit von 0,01 mm/h eingestellt werden. Sie kann zwischen 1,00 und 100,56 mm/h variieren. Im Eilgang beträgt die Geschwindigkeit des Hauptsupports 996 mm/min.

Die Fahrwege auf der Drehmaschine betragen maximal 1900 mm.

Die Einstellung der Bewegungen erfolgt durch Regelelektroniken in den zwei Steuereinheiten der Maschine.

Das Untergestell ist mit Nivellierschuben ausgerüstet, so daß die Maschine mit einer Wasserwaage (0,01/100) justiert werden kann.

3.4.1.2. Funktion

In das Spannfutter der Glasdrehmaschine werden die beiden Teile des Rezipienten in vertikaler Anordnung eingespannt. Die fahrbaren Spannfutter ermöglichen die beliebige Variation der Spannweite zur Aufnahme von verschiedenen großen Rezipienten bis zu einer Länge von 2,6 m. Außerdem besteht die Möglichkeit, die beiden eingespannten Rezipiententeile separat zu bewegen, so daß die Versuchsvorbereitungen wesentlich erleichtert werden.

An den T-Nuten des Hauptsupports wird der Träger der magnetischen Lagerung angeschlossen. Durch den einstellbaren Vorschub des Hauptsupports erfolgt der für das Kristallziehen erforderliche Hub der magnetisch gelagerten Ziehwellen. Das feine Getriebe des Vorschubantriebes ermöglicht einen (0,01 mm/h) genau einstellbaren, kontinuierlichen und erschütterungsfreien Hub, der von großer Bedeutung für die Erzielung einer hohen Kristallperfektion ist. Durch den Eilgang (996 mm/min) des Vorschubantriebes kann der Hauptsupport in eine schnellere Bewegung versetzt werden, die zur schnellen Positionierung der magnetischen Lagerung dient.

An dem kleineren Hilfssupport wird der Ringbrenner zum Zusammenschmelzen der beiden Rezipiententeile angeschlossen. Die Düsen des Ringbrenners werden durch die Bewegung des Hilfssupports genau auf die Verschmelzlinie, die die beiden zu verschmelzenden Flächen bilden, positioniert. Um die zum Zusammenschmelzen erforderliche Hitze gleichmäßig zu verteilen, werden die beiden Rezipiententeile in Drehung durch die Arbeitsspindel versetzt.

Die Glasdrehmaschine kann durch leichtes Umbauen auch für Kristallzüchtungsversuche nach dem LEC-, vertikalen Bridgman- oder Zonenschmelz-Verfahren verwendet werden.

3.4.2. Magnetisch gelagerte Zieh- und Drehvorrichtung

3.4.2.1. Prinzip einer magnetischen Lagerung für die Kristallzüchtung

Die im IGV des Forschungszentrums Jülich entwickelte, magnetische Zieh- und Drehvorrichtung zur Kristallzüchtung ermöglicht die berührungslose, schwingungsarme Lagerung der Ziehwellen bei hohen Rezipienttemperaturen ($750\text{ }^{\circ}\text{C}$), sowie auch die genaue Bestimmung des aktuellen Kristalldurchmessers. Die Ziehwellen bestehen aus dem magnetisch angekoppelten Rotor und die an ihm angeschlossene Kristallhalterung mit dem wachsenden Kristall. Die auf den Rotor der Ziehwellen auszuübenden statischen Lagerkräfte werden durch permanentmagnetische Felder und die dynamischen Lagerkräfte durch zusammenwirkende permanent – und elektromagnetische Felder erzeugt und werden ausschließlich über den Ringspalt zwischen Rotor und Stator übertragen (s. Abb. 3.3).

In dem ringförmigen Spalt befindet sich die Rezipientwand mit dem erforderlichen Heiz- und Kühlsystem in hohlzylindrischer Form.

Der hohlzylindrische Stator steht auf der vertikalen Transportvorrichtung außerhalb des Rezipienten während der Rotor berührungslos im Rezipientinneren schwebt. Die ferromagnetischen Lagerelemente des Rotors bestehen aus geeigneten Materialien, deren Curie-Punkt weit oberhalb der Rezipient-Betriebstemperatur (bei der HWC-Apparatur $700\text{ }^{\circ}\text{C}$) liegt, so daß temperaturbedingte Störungen der Lagerung weitgehend vermieden werden. Die Rezipientwandung sowie das Heiz- und Kühlsystem müssen aus nicht magnetisierbaren Materialien bestehen.

Die Drehbewegung des Rotors erfolgt durch einen ringförmigen Drehfeldstator, der im Lagerstator eingebaut wird. Zur Übertragung der Feldstärke des rotatorischen Antriebs ist der Rotor mit einem geeigneten Antriebselement versehen.

Durch vertikalen Transport der Lagerstatoren wird der zum Kristallziehen erforderliche Hub der Ziehwellen durch den an den Stator magnetisch angekoppelten Rotor erzeugt.

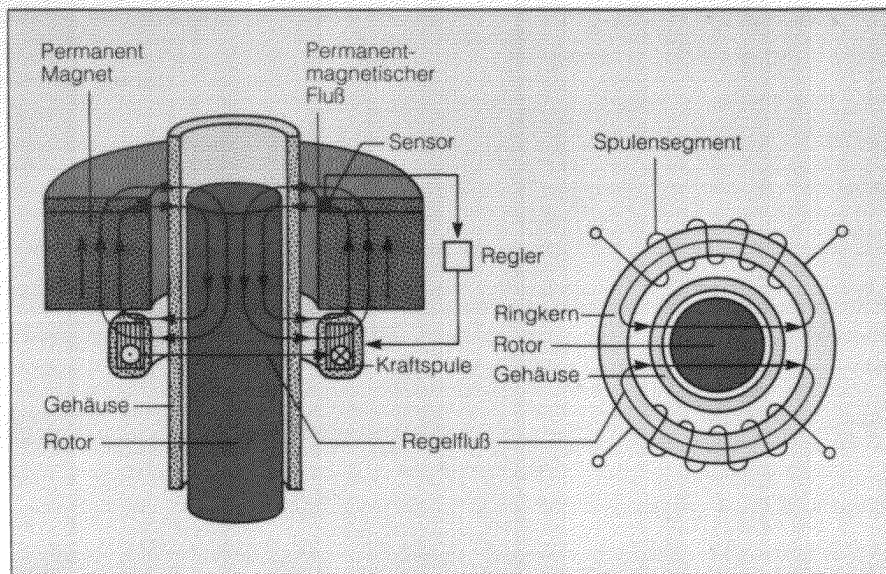


Abb. 3.3: Prinzip des berührungslosen Magnetlagers (K. Boden 1990).

In Abbildung 3.4 wird die Funktion einer magnetisch gelagerten Dreh- und Ziehvorrichtung einer Heiß-Wand-Czochralski-Kristallziehapparatur prinzipiell dargestellt.

Die berührungslose Lagerung der Ziehwellen bewirkt einen reibungsfreien Lauf, so daß störende Erschütterungen und Schwingungen beim Kristallwachstum weitgehend vermieden werden können. Von besonderem Vorteil dieses Lagers ist die Möglichkeit geringe Steifigkeit einzustellen. Daraus ergibt sich ein hoher Isoliergrad gegenüber äußeren Störungen (seismische Aufhängung).

Der Einsatz der neuentwickelten Lagertechnik sollte die Nachteile der bisher bei der Kristallzüchtung verwendeten mit Reibung behafteten mechanischen und magnetischen Systeme eliminieren. Durch Haft- und Gleitreibung oder durch motorische Antriebe bedingte Schwingungen und Erschütterungen des zu ziehenden Kristalls bewirken öfter eine Verschlechterung der strukturellen Perfektion des Kristalls.

Magnetisch gelagerte Systeme haben den zusätzlichen Vorteil, daß temperatur- und korrosionsempfindliche Durchführungen und Dichtungen im Rezipient ganz entfallen.

Darüberhinaus ermöglicht dieses Magnetlagersystem über die Ermittlung der Gewichtsänderung des wachsenden Kristalls die automatische Regelung des Durchmesserungsverlaufs. Die berührungslose Lagerung der Ziehwellen erlaubt die Übertragung der Lagerkräfte ohne verzerrende Reibungseffekte auf die außerhalb des Rezipienten angeordnete Kraftmeßeinrichtung. Die Gewichtssensoren sind zwischen dem Gewicht

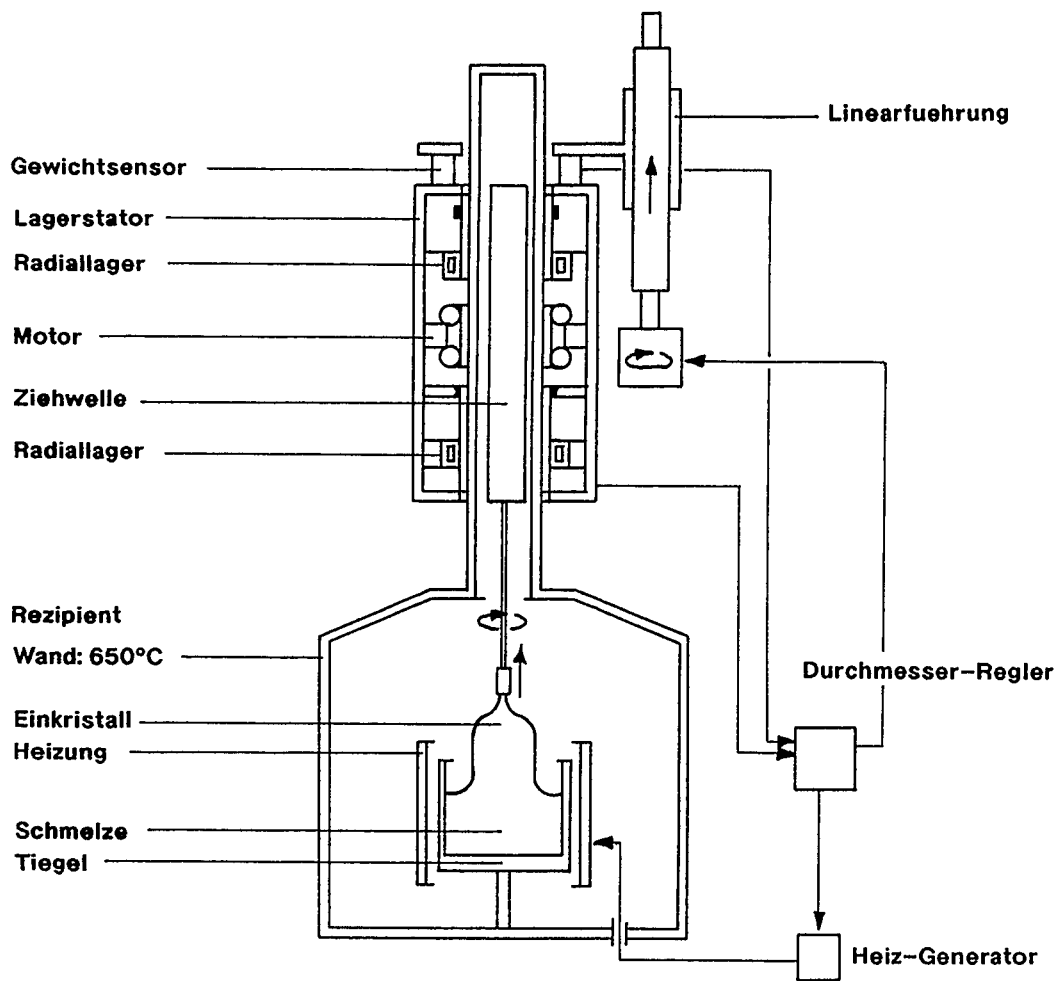


Abb. 3.4: Magnetisch gelagerte Dreh- und Ziehvorrichtung einer Heiß-Wand-Czochralski-Kristallziehapparatur (K. Boden 1990).

der Ziehwellen aufnehmenden Statoren und der Trägervorrichtung angebracht. Infolge dessen können sie das Gewicht bzw. die aktuelle Gewichtszunahme des wachsenden Kristalls messen. Die gemessene Gewichtsänderung des Kristalls wird mit einer Soll-Gewichtsänderung verglichen. Die Differenz wird in Form eines elektrischen Ausgangssignals der Kraftmeßeinrichtung als Regelgröße für einen automatischen Regelkreis zum Verstellen der Heizleistung der Schmelze bzw. der Ziehgeschwindigkeit zugeführt. Durch Veränderung dieser beiden Parameter wird der Kristalldurchmesser üblicherweise eingestellt. Aufgrund der störungsarmen Übertragung der Lagerkräfte auf die Lagerstatoren können zusätzlich die in der Phasengrenze zwischen Schmelze und Kristall wirkende Drehmomente ermittelt werden. Sie können als zusätzlicher Parameter zur Bestimmung und automatischen Regelung des Durchmesserungsverlaufs der Kristalle benutzt werden.

Nach dem gleichen Prinzip kann eine Hub- und Drehbewegung des Schmelztiegels einer HWC-Kristallziehapparatur erfolgen (K. Boden 1990).

3.4.2.2. Aufbau und Funktion

Die eingesetzte magnetisch gelagerte Zieh- und Drehvorrichtung wird in Abbildung 3.5 dargestellt.

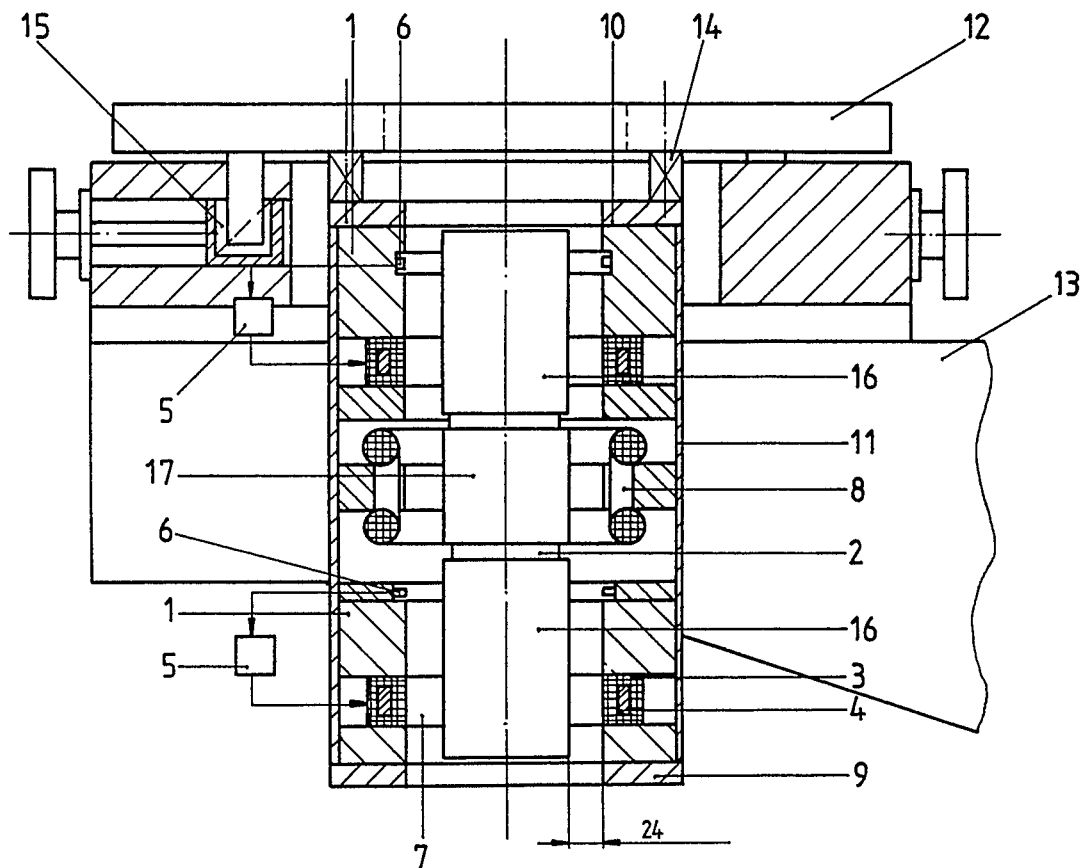


Abb. 3.5: Bei der erstellten HWC-Kristallziehapparatur eingesetzte magnetische Zieh- und Drehvorrichtung (K. Boden 1986).

1. Permanentmagnet, 2. Rotor, 3. Ringspule, 4. ferromagnetischer Kern, 5. Regelgerät, 6. Positionssensoren, 7. Ringspalt, 8. Drehfeldstator, 9. Boden, 10. Deckel, 11. Blech Außenmantel der Befestigungsrahmen, 12. Trägerplatte, 13. Trägervorrichtung, 14. Kraftmeßzellen, 15. Justiereinrichtung, 16. Lagerelement, 17. Antriebselement des Rotors

Der sich am oberen Ende des Stators befindende ringförmige Permanentmagnet (1) wirkt als Axialstabilisierungsmagnet. Er umfaßt den magnetisierbaren Rotor (2) in Arbeitsstellung. Durch axiale Verschiebung des Permanentmagneten wird der Rotor in axiale Bewegung versetzt.

Unterhalb des Permanentmagneten befindet sich die Radialstabilisierungseinrichtung zur berührungslosen Fixierung des Rotors in der axialen Lage. Sie besteht aus vier Ringspulen (3) – von denen sind in der Abbildung nur die beiden in der Zeichnungsebene liegende dargestellt – mit ferromagnetischem Kern (4), die jeweils paarweise mit einem Regelgerät (5) und Feldplatten (Positionssensoren) (6) elektrisch verbunden werden. Der ringförmig ausgestaltete Elektromagnet umschließt den Rotor, wobei dazwischen ein Ringspalt (7) besteht. Dieser Elektromagnet wird vom elektronischen Regelgerät mit Signalen beaufschlagt, die von diesem als Funktion der Signale der Positionssensoren, welche auf die Abweichungen des magnetisierbaren Rotors von seiner Sollage ansprechen, erzeugt werden, und die zur radialen Lagestabilisierung des magnetisierbaren Rotors in die Elektromagnete der Radialstabilisierungseinrichtung eingespeist werden. Die von den Sensoren an die Regelgeräte geleiteten Meßsignale werden dabei verstärkt, in ihrer Phase verschoben und als Ausgangssignale in Form eines geregelten Gleichstroms an die Spulen abgegeben. Dadurch kann der Rotor auch bei seiner axialen Verschiebung in der radialen Sollage bleiben, d.h. die Magnetkräfte führen ihn in axialer Richtung.

Die sich oberhalb und unterhalb des Radialstabilisierелеktromagneten befindenden Permanentmagnete (1) bewirken außer der axialen Stabilisierung eine radial gerichtete Vormagnetisierung im Ringspalt, die aufgrund der radialsymmetrischen Magnetisierung der Permanentmagneten eine definierte stabile zentrische Achsenlage erzeugt. Weil die auf den Rotor ausgeübten magnetischen Feldkräfte proportional mit dem Produkt aus Vormagnetisierungs- und Regelfeldstärke zunehmen, können durch hohe permanente Vormagnetisierungsfeldstärke große dynamische Stabilisierungskräfte über große Ringspalte bei kleiner elektromagnetisch erzeugten Regelfeldstärke erzeugt werden. Ein wesentlicher Vorteil der permanenten Vormagnetisierung liegt darin, daß sie störungsfrei und ohne Leistungsaufwand funktioniert. Dadurch wurde ein Ringspalt zwischen Stator und Rotor, der für das Lagerspiel sowie für die Rezipientwand mit Heiz- und Kühlsystem erforderlich ist, mit einer Spaltbreite von 24 mm realisiert, wobei zur Erzeugung der diesen Spalt überbrückenden magnetischen Lagerkräfte bei störungsfreiem Betrieb nur 10 Watt erforderlich sind.

Eine weitere Anordnung, bestehend aus Axialstabilisierungsmagnet (1) und Radialstabilisierungseinrichtung (3), die mit der obenliegenden identisch ist, befindet sich am unteren Ende des Stators. Sie ist mit separaten Positionssensoren (6) und Regeleinheiten (5) versehen.

Zwischen beiden Radialstabilisierungseinrichtungen in der Mitte des Stators liegt der ringförmige Drehfeldstator (8), der mit dem Rotor einen Ringspalt bildet. Der Drehfeldstator übt auf den Rotor ein Drehmoment aus, das die rotatorische Bewegung des Rotors um seine vertikale Achse bewirkt.

Alle Statorkomponenten werden auf einem Befestigungsrahmen, bestehend aus einer Boden- (9) und Deckelplatte (10), die miteinander mit Stützen verbunden sind, und einem Blechaußenmantel (11) gehalten. Der Stator hat die Form eines Hohlzylinders mit einem äußeren Durchmesser von 302 mm und einem inneren Durchmesser von 122 mm. Seine gesamte Höhe beträgt 540 mm.

Der Stator wird über eine hängende Lagerung mit der Trägerplatte (12) der Trägereinrichtung der magnetischen Lagerung (13) verbunden. Diese hängende Lagerung besteht aus den drei Kraftmeßzellen (14) der Kraftmeßeinrichtung zur Bestimmung der zeitlichen Änderung des Kristallgewichts, die jeweils mit ihrer Stirnseite an die Trägerplatte (12) bzw. am Deckel (10) des Stators verschraubt werden. Die um 120° versetzten Kraftmeßzellen sind an den Spitzen eines gleichseitigen Dreiecks angeordnet, zur Kompensation von Rotorunwuchten. An den Kraftmeßzellen (14) hängt das Gewicht des Stators und der an ihm angekoppelten Ziehwellen mit dem wachsenden Kristall. Die den Lagerkraftanteilen proportionalen elektrischen Ausgangssignale der drei Kraftmeßzellen werden addiert. Das Summensignal wird in einem Durchmesserregelkreis in einem elektrischen Komparator mit einem Sollwert verglichen, der den gewünschten Durchmesserverlauf entspricht. Das Differenzsignal wird einem Regler zum Nachstellen des Kristalldurchmessers nach der erwähnten Weise zugeleitet (K. Boden 1986).

Die Trägereinrichtung (13) ist mit zwei Justiereinrichtungen (15) versehen, die die Justierung der Statorachse und damit der Ziehwellenachse nach der Rezipientachse ermöglichen. Zur axialen Verschiebung des Stators, die den angeforderten Hub des an dem Stator magnetisch fixierten Rotors bewirkt, wird die Trägereinrichtung (13) an den Maschinensupport der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen.

Der magnetisierbare Rotor (2) hat eine zylindrische Form mit einem Durchmesser von 74 mm und einer Gesamthöhe von 500 mm. Er besteht aus Lager- (16) und Antriebs- (17)elementen. Bei den Lagerelementen wird das magnetisierbare Material Vacoflux 50, eine Legierung aus 50 % Fe und 50 % Co, eingesetzt. Die Curietemperatur dieses Materials bei etwa 950°C erlaubt den einwandfreien Einsatz der magnetischen Lagerung bei der Betriebstemperatur (700°C) des HWC-Verfahrens. Die Antriebskomponente des Rotors besteht aus elektrisch leitendem Molybdän und aus Vacoflux 50.

Zum Schutz vor dem korrosiven Arsen wird der Rotor in einer Quarzglasschutzhülle eingeschmolzen. Am unteren Ende dieser Schutzhülle wird die Kristallhalterung angebracht.

Die Rezipientwand sowie das Heiz- und Kühlsystem, die sich im Ringspalt zwischen Stator und Rotor befinden, müssen aus nicht magnetischen Materialien bestehen. Da die Rezipientwand aus Quarzglas besteht, erfüllt sie diese Bedingung.

Eine weitere Bedingung für den einwandfreien Betrieb der magnetischen Lagerung ist die ausreichende thermische Abschirmung des Stators durch Isolations- und Kühlelemente im Ringspalt zwischen Stator und Rezipientwand. Dadurch soll eine Überhitzung des Stators und eine Temperaturdrift der Regelungselemente, die für den Temperaturbereich von 15 – 25 °C optimiert wurden, vermieden werden (K. Boden 1991).

3.4.3. Trägervorrichtung der magnetischen Lagerung

Die Trägervorrichtung dient zum Haltern und Justieren der magnetischen Lagerung. Die verschiedenen Justiermöglichkeiten für den Stator in der Trägervorrichtung müssen die Justierung der an dem Stator magnetisch angekoppelten Ziehwellen ermöglichen, so daß ein zentrischer, berührungsloser Lauf der Ziehwellen in dem sich zwischen ihr und Rezipientwand bildenden Ringspalt gewährleistet wird.

Aus dem insgesamt 24 mm betragenden Lagerspalt zwischen Stator und Rotor bleibt, nach dessen Aufteilung in die Anteile für die Rotorschutzhülle, die Rezipientwand und das Heiz/Kühlsystem, für das Lagerspiel des Rotors ein geringfügiger Ringspalt zwischen Rezipientwand und Rotorschutzhülle zur Verfügung. Die Breite dieses Ringspaltes hängt von den Toleranzen der zu verwendenden Quarzglasteile ab. Sie variiert von 1,5 bis 2,5 mm.

Damit der Rotor innerhalb dieses Ringspaltes berührungslos läuft bzw. ein Stoßen des Rotors gegen die Rezipientwand vermieden wird, sind folgende Bedingungen zu erfüllen:

- a) Der Rotor, und damit auch die gesamte Ziehwellen, muß im vertikal eingespannten Rezipientoberteil zentriert sein.
- b) Die vertikalen Mittelachsen des Rotors und des hohlzylindrischen Rezipientoberteils müssen innerhalb von Toleranzen, die kleiner als der verfügbare Spalt sind, übereinstimmen.

Dabei ist zu berücksichtigen, daß die Position des durch den Stator magnetisch gelagerten Rotors innerhalb des Rezipienten durch die radiale und axiale Positionierung des Stators relativ zur Rezipientwand bestimmt wird.

Um den Stator und damit die an ihm magnetisch angekoppelte Ziehwellen in axiale Bewegung (Hub) zu versetzen, wird die Trägervorrichtung an den maschinell angetriebenen Hauptsupport der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen.

3.4.3.1. Aufbau und Funktion

Die Zusammenstellung der Trägervorrichtung wird in Abbildung 3.6 dargestellt. Die Trägervorrichtung mit hängendem Stator wird in Abbildung 3.7 gezeigt. Der Stator (9), s. Abb. 3.7, wird an seinem oberen Ende durch drei Schrauben an den Kraftmeßzellen (10) angeschlossen, die ihrerseits mit der Trägerplatte (1) verschraubt werden. Durch diese Art von hängender Lagerung wird eine stabile Halterung des Stators gewährleistet.

In der Trägervorrichtung werden zwei verschiedene Möglichkeiten für die Justierung des Stators relativ zur zylindrischen Rezipientwand vorgesehen:

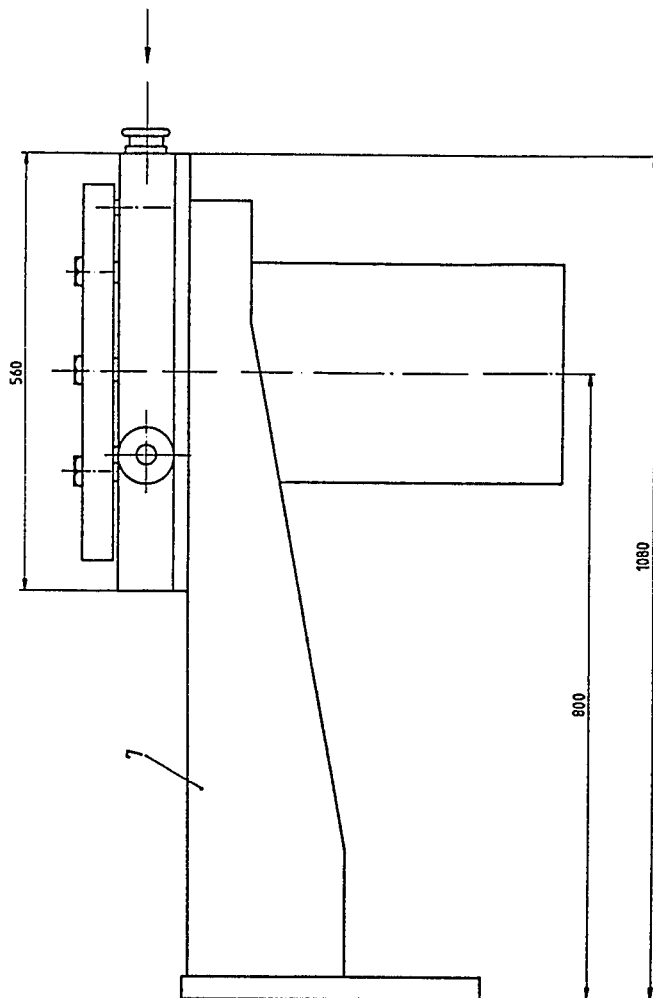
- a) Verstellung des Neigungswinkels der Mittelachse des Stators zur Mittelachse des Rezipienten durch eine höhenverstellbare Dreipunktauflage der Trägerplatte.

Die Trägerplatte (1) wird in die Trägervorrichtung eingehängt. Sie liegt auf drei um 120° versetzten Höhenbolzen (2). Unter der gleichen Teilung sind an der Trägerplatte drei Senkungen vorgesehen, so daß sich eine ringförmige Auflagefläche pro Bolzen ergibt. Durch diese Dreipunktauflage der Trägerplatte wird einerseits das sichere Halten als auch das Verändern des Neigungswinkels der Statorachse zur Rezipientachse ermöglicht. Zur Veränderung des Neigungswinkels werden die Höhenbolzen in vertikaler Richtung verstellt. Die Höhenverstellung der Bolzen (2) wird durch drei in der Halte- und Justierplatte (3) eingebaute Auflagegeräte (4) der Fa. Lenze und Co. ermöglicht, wobei die Genauigkeit der Höhenverstellung 0,1 mm beträgt. Die Betätigung der Auflagegeräte (4) erfolgt durch Drehen der an den Seiten der Halte- und Justierplatte (3) montierten Sterngriffe (5). Die maximale, einstellbare Höhendifferenz bei den Bolzen beträgt 10 mm, die für die zur Übereinstimmung der Statorachse mit der Rezipientachse erforderlichen, kleinen Winkeländerungen ausreicht.

- b) Verschiebung des Stators in der horizontalen Ebene in x-y-Richtung durch Kombination der Halte- und Justierplatte mit den Auflageplatten links und rechts.

In die Halte- und Justierplatte (3) sind Schraubenlöcher in Längsrichtung, in den Auflageplatten (6) in Querrichtung ausgearbeitet, so daß jede gewünschte Position in der horizontalen Ebene in einem bestimmten Bereich (20 mm in x-, und 20 mm in y-Richtung) eingestellt werden kann. Die gewünschte Position wird anschließend durch eine Schrauben-Mutter-Verbindung fixiert. Durch die Verschiebung der Halte- und Justierplatte in der horizontalen Ebene kann der Stator relativ zur Rezipientwand zentriert werden.

Die Auflageplatten werden mit den Auflageträgern (7) durch Schrauben verbunden. An das stärkere Ende der Auflageträger (7) werden als Verbindung zum Hauptsupport der vertikalen Glasdrehmaschine Halteplatten (8) stirnseitig an die Auflageträger angeschraubt. Die Halteplatten (8) werden an den T-Nuten des Hauptsupports angeschlossen.



1. Trägerplatte, 2. Höhenbolzen, 3. Halte- und Justierplatte, 4. Auflagegeräte, 5. Sterngriffe, 6. Auflageplatten, 7. Auflageträger, 8. Halteplatten, 9. Stator, 10. Kraftmeßzellen, 11. Halteschrauben

Schote Konten & gebuchten										Auftrag Nr.		Erzeugung		Notiz	
Zugrunde gelegt: 01.01.2011 Zeitraum: 01.01.2011 bis 31.12.2011															
Formel: $\text{Prestations} \cdot \text{DM} / \text{Stk} = \$$															
Hauptkonto		Nebenkonto		in mm		1. Halbjahr		2. Halbjahr		3. Halbjahr		4. Halbjahr		Gesamt	
1000		1000		1000		1000		1000		1000		1000		1000	
2000		2000		2000		2000		2000		2000		2000		2000	
3000		3000		3000		3000		3000		3000		3000		3000	
4000		4000		4000		4000		4000		4000		4000		4000	
5000		5000		5000		5000		5000		5000		5000		5000	
6000		6000		6000		6000		6000		6000		6000		6000	
7000		7000		7000		7000		7000		7000		7000		7000	
8000		8000		8000		8000		8000		8000		8000		8000	
9000		9000		9000		9000		9000		9000		9000		9000	
10000		10000		10000		10000		10000		10000		10000		10000	
11000		11000		11000		11000		11000		11000		11000		11000	
12000		12000		12000		12000		12000		12000		12000		12000	
13000		13000		13000		13000		13000		13000		13000		13000	
14000		14000		14000		14000		14000		14000		14000		14000	
15000		15000		15000		15000		15000		15000		15000		15000	
16000		16000		16000		16000		16000		16000		16000		16000	
17000		17000		17000		17000		17000		17000		17000		17000	
18000		18000		18000		18000		18000		18000		18000		18000	
19000		19000		19000		19000		19000		19000		19000		19000	
20000		20000		20000		20000		20000		20000		20000		20000	
21000		21000		21000		21000		21000		21000		21000		21000	
22000		22000		22000		22000		22000		22000		22000		22000	
23000		23000		23000		23000		23000		23000		23000		23000	
24000		24000		24000		24000		24000		24000		24000		24000	
25000		25000		25000		25000		25000		25000		25000		25000	
26000		26000		26000		26000		26000		26000		26000		26000	
27000		27000		27000		27000		27000		27000		27000		27000	
28000		28000		28000		28000		28000		28000		28000		28000	
29000		29000		29000		29000		29000		29000		29000		29000	
30000		30000		30000		30000		30000		30000		30000		30000	
31000		31000		31000		31000		31000		31000		31000		31000	
32000		32000		32000		32000		32000		32000		32000		32000	
33000		33000		33000		33000		33000		33000		33000		33000	
34000		34000		34000		34000		34000		34000		34000		34000	
35000		35000		35000		35000		35000		35000		35000		35000	
36000		36000		36000		36000		36000		36000		36000		36000	
37000		37000		37000		37000		37000		37000		37000		37000	
38000		38000		38000		38000		38000		38000		38000		38000	
39000		39000		39000		39000		39000		39000		39000		39000	
40000		40000		40000		40000		40000		40000		40000		40000	
41000		41000		41000		41000		41000		41000		41000		41000	
42000		42000		42000		42000		42000		42000		42000		42000	
43000		43000		43000		43000		43000		43000		43000		43000	
44000		44000		44000		44000		44000		44000		44000		44000	
45000		45000		45000		45000		45000		45000		45000		45000	
46000		46000		46000		46000		46000		46000		46000		46000	
47000		47000		47000		47000		47000		47000		47000		47000	
48000		48000		48000		48000		48000		48000		48000		48000	
49000		49000		49000		49000		49000		49000		49000		49000	
50000		50000		50000		50000		50000		50000		50000		50000	
51000		51000		51000		51000		51000		51000		51000		51000	
52000		52000		52000		52000		52000		52000		52000		52000	
53000		53000		53000		53000		53000		53000		53000		53000	
54000		54000		54000		54000		54000		54000		54000		54000	
55000		55000		55000		55000		55000		55000		55000		55000	
56000		56000		56000		56000		56000		56000		56000		56000	
57000		57000		57000		57000		57000		57000		57000		57000	
58000		58000		58000		58000		58000		58000		58000		58000	
59000		59000		59000		59000		59000		59000		59000		59000	
60000		60000		60000		60000		60000		60000		60000		60000	
61000		61000		61000		61000		61000		61000		61000		61000	
62000		62000		62000		62000		62000		62000		62000		62000	
63000		63000		63000		63000		63000		63000		63000		63000	
64000		64000		64000		64000		64000		64000		64000		64000	
65000		65000		65000		65000		65000		65000		65000		65000	
66000		66000		66000		66000		66000		66000		66000		66000	
67000		67000		67000		67000		67000		67000		67000		67000	
68000		68000		68000		68000		68000		68000		68000		68000	
69000		69000		69000		69000		69000		69000		69000		69000	
70000		70000		70000		70000		70000		70000		70000		70000	
71000		71000		71000		71000		71000		71000		71000		71000	
72000		72000		72000		72000		72000		72000		72000		72000	
73000		73000		73000		73000		73000		73000		73000		73000	
74000		74000		74000		74000		74000		74000		74000		74000	
75000		75000		75000		75000		75000		75000		75000		75000	
76000		76000		76000		76000		76000		76000		76000		76000	
77000		77000		77000		77000		77000		77000		77000		77000	
78000		78000		78000		78000		78000		78000		78000		78000	
79000		79000		79000		79000		79000		79000		79000		79000	
80000		80000		80000		80000		80000		80000		80000		80000	
81000		81000		81000		81000		81000		81000		81000		81000	
82000		82000		82000		82000		82000		82000		82000		82000	
83000		83000		83000		83000		83000		83000		83000		83000	
84000		84000		84000		84000		84000		84000		84000		84000	
85000		85000		85000		85000		85000		85000		85000		85000	
86000		86000		86000		86000		86000		86000		86000		86000	
87000		87000		87000		87000		87000		87000		87000		87000	
88000		88000		88000		88000		88000		88000		88000		88000	
89000		89000		89000		89000		89000		89000		89000		89000	
90000		90000		90000		90000		90000		90000		90000		90000	
91000		91000		91000		91000		91000		91000		91000		91000	
92000		92000		92000		92000		92000		92000		92000		92000	
93000		93000		93000		93000		93000		93000		93000		93000	
94000		94000		94000		94000		94000		94000		94000		94000	
95000		95000		95000		95000		95000		95000		95000		95000	
96000		96000		96000		96000		96000		96000		96000		96000	
97000		97000		97000		97000		97000		97000		97000		97000	
98000		98000		98000		98000		98000		98000		98000		98000	
99000		99000		99000		99000		99000		99000		99000		99000	
100000		100000		100000		100000		100000		100000		100000		100000	
101000		101000		101000		101000		101000		101000		101000		101000	
102000		102000		102000		102000		102000		102000		102000		102000	
103000		103000		103000		103000		103000		103000		103000		103000	
104000		104000		104000		104000		104000		104000		104000		104000	
105000		105000		105000		105000		105000		105000		105000		105000	
106000		106000		106000		106000		106000		106000		106000		106000	
107000		107000		107000		107000		107000		107000		107000		107000	
108000		108000		108000		108000		108000		108000		108000		108000	
109000		109000		109000		109000		109000		109000		109000		109000	
110000		110000		110000		110000		110000		110000		110000		110000	
111000		111000		111000		111000		111000		111000		111000		111000	
112000		112000		112000		112000		112000							

3.4.3.2. Konstruktion

Die möglichst exakte Führung der Ziehwellen erfordert eine starre Ausführung der Trägervorrichtung der magnetischen Lagerung. Bei der Konstruktion der Trägervorrichtung wurde eine hohe Sicherheit verlangt, um einen Verzug im elastischen Bereich des verwendeten Werkstoffes möglichst klein zu halten.

Sämtliche Bauteile der Trägervorrichtung wurden aus AlMg₃ (3.3535.08), wegen des geringeren Gewichtes, dreimal leichter als Stahl, und der guten Bearbeitbarkeit gefertigt. Die bei der Konstruktion verlangte hohe Sicherheit wurde aufgrund der im Vergleich mit Edelstahl geringeren zulässigen Festigkeitswerte des AlMg₃ durch größere Querschnitte, die in Form von Trägheits- und Widerstandsmomenten in die Berechnungen eingehen, gewährleistet. Sämtliche Verbindungen wurden bei der Konstruktion als Schraubverbindungen ausgelegt. Auf Schweißverbindungen wurde ganz verzichtet, da das zum Schweißen von AlMg₃-Teilen erforderliche Vorheizen den Zusammenbau bei den Abmessungen und dem Gewicht der Bauteile verkompliziert hätte.

Im folgenden werden die wichtigsten Punkte der Konstruktion der einzelnen Bauelemente der Trägervorrichtung erläutert. Zu der Konstruktion wurde eine ausführliche Berechnung durchgeführt (A. Hahn 1989).

a. Statorhalterung

Die an dem Stator angeschlossenen Kraftmeßzellen werden an der 40 mm dicken Trägerplatte durch eine Schraubverbindung, bestehend aus drei M8-Schrauben (11), angeschlossen. Das gesamte Gewicht der hängenden, magnetischen Lagerung, etwa 80 kg, wird durch die drei Schrauben aufgenommen. Sie werden auf Zug beansprucht. Die pro Schraube wirkende Zugspannung beträgt:

$$\sigma_{\text{Zug}} = 7,2 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{\text{Zug,zul}} = 110 \text{ N/mm}^2.$$

b. Halte- und Justierplatte

Die Auslegung der Halte- und Justierplatte (3) wurde durch die vorgesehenen Justiermöglichkeiten für den Stator bedingt. Insbesondere sollte die Montage der drei Auflagegeräte (4) zur Verstellung der Statorneigung ermöglicht werden. Um die Auflagegeräte mit einem Flanschdurchmesser von 62 mm an den Plattenseiten zu befestigen, muß die Halte- und Justierplatte eine Dicke von 70 mm erhalten. Bei dieser Dicke kann die aufliegende Last der Trägerplatte mit hängender, magnetischer Lagerung von max. 100 Kp ohne weiteres getragen werden. Die genaue Einstellung der Stator-Neigung zur Vertikale bedingte eine auf 0,1 mm genaue Bemaßung – sowie die Verwendung von entsprechenden Passungen – der Führungen an der Platte zur Montage der Auflagegeräte. Die Auflagegeräte können maximal 15000 N aufnehmen, wobei die Belastung durch die Trägerplatte mit hängender, magnetischer Lagerung 1000 N beträgt. Gleiche Genauigkeitsanforderungen wurden bei der Bearbeitung der Langlöcher für die horizontale Verschiebung des Stators gestellt.

c. Auflageplatte links und rechts

Die zwei Auflageplatten (6) dienen in Verbindung mit der Halte- und Justierplatte (3) zum Einstellen der horizontalen Verschiebung der magnetischen Lagerung. Deshalb sind in den Auflageplatten offene Schraubenlöcher quer zu denen der Halte- und Justierplatte eingearbeitet. Die Auflageplatten werden mit den Auflageträgern durch Schrauben verbunden. Die Schraubenköpfe müssen, um nicht zu hindern, in den Auflageplatten versenkt werden. Deshalb wurde die Plattendicke auf 20 mm festgesetzt. Die Auflageplatten werden durch das Gewicht der Trägerplatte mit hängender, magnetischer Lagerung, der Halte- und Justierplatte und das Eigengewicht der Auflageplatten statisch auf Druck beansprucht. Diese Beanspruchung wird gleichmäßig auf der tragenden Fläche der Auflageplatten verteilt (Flächenpressung). Sie beträgt

$$\sigma_P = 0,031 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{P,zulAlMg_3} = 65 \text{ N/mm}^2.$$

d. Auflageträger

Die zwei Auflageträger (7) sollen die Auflageplatten (6) mit der daraufliegenden Last mit der Anschlußstelle der Trägervorrichtung an dem Hauptsupport starr verbinden. Der Abstand von der Vorderkante der Trägervorrichtung bis zum Hauptsupport der vertikalen Glasdrehmaschine beträgt 1080 mm. Das durch den langen Hebelarm entstehende Biegemoment wird durch die Auflageträger, die in ihrer Form dem Momentverlauf angepaßt sind, zur Anschlußstelle übertragen. Die beiden Auflageträger bilden ein Rechteck, wenn eine breite und eine schmale Seite aneinandergelegt werden.

Weil die gesamte Trägervorrichtung mit einer geringen konstanten Geschwindigkeit, max. 100 mm/h, bewegt wird, reicht für die Konstruktion eine statische Festigkeitsberechnung aus.

Die Auflageträger werden durch die zu tragende Last und das Eigengewicht auf Biegung beansprucht. Die durch das an der Einspannstelle der Auflageträger angreifende Biegemoment hervorgerufene Biegezug- und Biegedruckspannung beträgt

$$\sigma_{bZ/bD} = 2,21 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{bZ/bDzul} = 50 \text{ N/mm}^2.$$

e. Halteplatte links und rechts

An das stärkere Ende der Auflageträger (7) werden als Verbindung zum Hauptsupport der vertikalen Glasdrehmaschine Halteplatten (8) stirnseitig an die Auflageträger angeschraubt. Da die Schraubenköpfe aus Hinderungsgründen in den Halteplatten versenkt werden müssen und außerdem die Platten einer hohen Belastung ausgesetzt werden, wurde eine Dicke von 30 mm gewählt. Um das Befestigen der Halteplatten mit angeschraubten Auflageträgern am Maschinensupport zu vereinfachen, wurden die Halteplatten mit seitlich offenen Langlöchern konstruiert.

Die Halteplatte wird aufgrund der Belastung hauptsächlich auf Schub beansprucht, wobei das Biegemoment der Auflageträger an den Halteplatten als Torsionsmoment angreift. Die dadurch im Bereich der Langlöcher hervorgerufene, resultierende Schubspannung beträgt

$$\tau_{\text{res}} = 7,7 \text{ N/mm}^2 < \tau_{\text{zul}} = 80 \text{ N/mm}^2.$$

Die durch die Schrauben, welche die Halteplatten mit den Auflageträgern verbinden, auf die Halteplatte wirkende maximale Flächenpressung wird durch die oberste Schraube ausgeübt. Sie beträgt

$$\sigma_{\text{Pmax}} = 27,9 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{\text{Pzul}} = 250 \text{ N/mm}^2.$$

f. Schraubenverbindung zwischen Auflageträger und Halteplatten

Jeder Auflageträger wird durch fünf M10-Zylinderschrauben mit einer Halteplatte verbunden. Die Schrauben werden durch die wirkenden Auflagekräfte und durch das am Auflageträger angreifende Biegemoment hauptsächlich auf Zug beansprucht. Die maximale Zugspannung entsteht jeweils in der oberen Schraube. Sie beträgt

$$\sigma_Z = 42,3 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{\text{Zzul}} = 110 \text{ N/mm}^2.$$

g. Schraubenverbidung zwischen Halteplatten und Hauptsupport

Die Halteplatten werden durch vierzehn M10-Sechskantschrauben an den T-Nuten des Hauptsupports der Glasdrehmaschine befestigt. Die Schrauben werden durch die offenen Langlöcher der Halteplatten in die T-Nutensteine, die in die T-Nuten des Hauptsupports montiert sind, eingeschraubt und angezogen. Die Schrauben werden durch die gesamte Belastung der Trägervorrichtung in Form von wirkenden Auflagekräften und angreifendem Biegemoment hauptsächlich auf Zug beansprucht.

Die maximale Zugspannung tritt jeweils an der oberen Schraube auf. Sie beträgt

$$\sigma_Z = 19,6 \text{ N/mm}^2 < \sigma_{\text{Zzul}} = 110 \text{ N/mm}^2$$

(A. Hahn 1989).

3.4.4. Quarzglasteile

Aufgrund seiner Arsen- und Hochtemperaturbeständigkeit, die bei der kleineren HWC-Anlage schon überprüft ist, wurde Quarzglas als Werkstoff des Rezipienten ausgewählt. Darüberhinaus wird der Rotor, der aus As-korrosionsempfindlichen Materialien besteht, in einer Quarzglasschutzhülle eingeschmolzen. Sämtliche Quarzglasteile der Apparatur, die teilweise als Halbzeuge geliefert werden und bei der ZAT-Glastechnik-Werkstatt des Forschungszentrums Jülich in der Endform bearbeitet werden, werden bei der Firma Heraeus Quarzschmelze in Hanau hergestellt.

3.4.4.1. HSQ-Quarzglas

Die verwendeten Quarzglasteile gehören zu einer besonderen Sorte, die die Anforderungen der Halbleiterherstellung erfüllen. Sie wird als HSQ-Quarzglas bezeichnet. HSQ-Quarzglasteile unterscheiden sich, neben den anderen Eigenschaften von Quarzglas, durch hohe Reinheit, Warmfestigkeit, Präzision und große Abmessungen.

Das amorphe HSQ-Quarzglas wird aus reinstem, kristallinen Siliziumoxid im elektrisch beheizten Tiegel erschmolzen. Der daraus abgezogene Quarzglas-Rohrkörper wird durch Warmumformung und damit verbundene Veredelungsschritte in Halbzeuge umgewandelt. Die Halbzeuge für das Produkt Rohr sind schwere dickwandige Hohlzylinder, die in werkzeugfrei arbeitenden Ziehöfen quasi-kontinuierlich zu Rohren beliebiger Abmessungen verarbeitet werden (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Um die Formstabilität bei hohen Temperaturen von HSQ-Rohren zu erhöhen, wird eine besondere Warmbehandlung angewendet. Die Stabilisierung beruht auf einer gesteuerten Ausbildung einer dünnen, gleichmäßigen Cristobalitschicht auf der äußeren Rohroberfläche beim ersten Hochheizen. Cristobalit ist eine stabile Hochtemperaturkristallmodifikation des SiO_2 . Es hat einen Schmelzpunkt von 1720°C . Die Ausbildung der Cristobalitschicht ist bei diesen Rohren im Anlieferungszustand latent vorbereitet. Bei HSQ 800-Rohren ist die Außenseite in einer Tiefe bis zu $20\text{ }\mu\text{m}$ mit Al_2O_3 dotiert. Die Kristallbildung setzt spontan ein, sobald ein Rohr im Ofen auf eine Temperatur über 1150°C gebracht wird. Eine Steigerung der Temperatur begünstigt die Ausbildung der Stabilisierungsschicht. Nach der schlagartigen Ausbildung der $20\text{ }\mu\text{m}$ dicken tragenden Stabilisierungsschicht wächst die Cristobalitschicht wegen der hohen Reinheit des nicht präparierten Grundmaterials sehr langsam weiter. Trotz der Al_2O_3 -Dotierung der Oberfläche, die wie auch andere Metalloxide die Entglasung unter Cristobalitbildung beschleunigt, liegt die Entglasungsrate selbst bei Gebrauchstemperaturen von 1300°C bei rund $100\text{ }\mu\text{m}$ pro 1000 h. Diese niedrige Entglasungsneigung ist ein Indiz für eine lange Nutzungsdauer der Quarzglasteile.

Außerdem wird die Formbeständigkeit von Quarzglasrohren bei hohen Gebrauchstemperaturen durch eine Verminderung des OH-Gehaltes im Quarzglas erhöht (Heraeus-Quarzschmelze 1988).

Die beim Rezipient verwendeten Teile sind stabilisierte HSQ 800-Rohre.

Da der Rezipient bei jeder Kristallzüchtung zusammengeschmolzen bzw. aufgetrennt wird, können im Quarzglas Spannungen entstehen. Die beiden Rezipientteile werden vor jedem Einsatz, auch nach Empfehlung des Herstellers, zum Abbau von eventuell vorhandenen Spannungen und zur Erhöhung der Formstabilität in einem speziellen Ofen getempert. Die Ofentemperatur liegt bei 1280°C und die Verweilzeit variiert zwischen 12 und 24 Stunden. Das lange Tempern der Rohre bei 1280°C wirkt sich positiv auf die Ausbildung der stützenden Cristobalitschicht aus. Durch ein mehrmaliges Drehen der Rohre (um jeweils 90°) im Ofen wird die Beibehaltung der runden Form begünstigt.

Im folgenden werden die wichtigen Eigenschaften des Quarzglas nach Angaben des Herstellers – Heraeus Quarzschmelze – geschildert. Darunter werden die Eigenschaften, die für den Einsatz des Quarzglas bei der GaAs-Einkristallzüchtung wichtig sind, erwähnt.

In der Tabelle 3.1 werden typische physikalische Werte und die Festigkeitswerte des Quarzglas bei 20 °C dargestellt:

Dichte	g/cm ³	2,203	Druckfestigkeit	N/mm ²	1150
E-Modul (20 °C)	N/mm ²	7,25·10 ⁴	Zugfestigkeit	N/mm ²	50
Poissonsche Zahl	–	0.17	Biegefestigkeit	N/mm ²	67
Ausdehnungskoeffizient	1/K	≈ 0,5·10 ⁻⁶	Torsionsfestigkeit	N/mm ²	30

Tabelle 3.1: Typische, physikalische und Festigkeitswerte von Quarzglas (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Die Festigkeitswerte des Quarzglas sind temperaturabhängig. Dies wird durch den Temperaturverlauf des Elastizitätsmoduls, der in Abb. 3.8 gezeigt wird, ersichtlich.

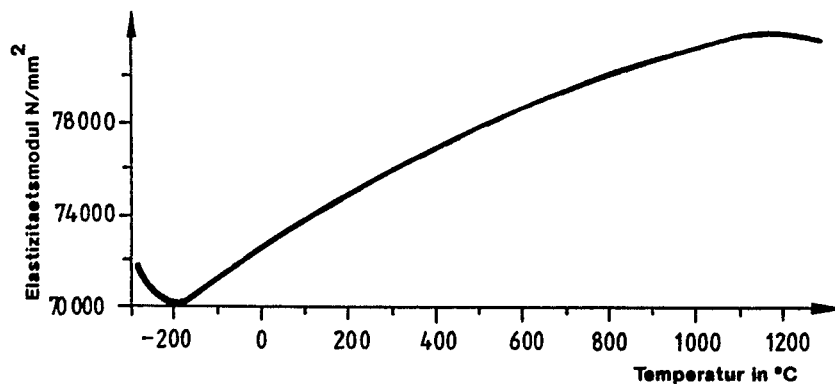


Abb. 3.8: Elastizitätsmodul von Quarzglas in Abhängigkeit von der Temperatur (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Einen ähnlichen Temperaturverlauf zeigt auch der Torsionsmodul. Die Festigkeitswerte von Quarzglas werden sowohl bei fallender als auch bei steigender Temperatur größer, wenn man von Zimmertemperatur ausgeht und eine Temperatur von 800 °C nicht überschreitet. Bei Festigkeitsangaben von Quarzglas muß, wie bei allen glasähnlichen und keramischen Stoffen mit Schwankungen in den Festigkeitswerten von Stück zu Stück gerechnet werden. Die Festigkeit eines Stücks wird von der Oberflächengüte und vom letzten Bearbeitungsschritt an der Oberfläche stark beeinflusst. Aus diesem

Grund wird empfohlen, bei allen Berechnungen einen Sicherheitsfaktor von mindestens 5, besser 10 bis 15 einzusetzen (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Die Erweichungstemperatur von Quarzglas – etwa 1730 °C – liegt mehr als zweifach höher als die Betriebstemperatur der HWC-Apparatur. Dabei ist das Quarzglas – nach Angaben des Herstellers – bei der Erweichungstemperatur und selbst bei 1900 °C noch so fest, daß man starke Kräfte für seine Verformung anwenden muß.

Die thermische Ausdehnung von Quarzglas ist sehr niedrig und verleiht dem Material eine gute Temperaturwechsel-Beständigkeit. Der mittlere, lineare Ausdehnungskoeffizient im Temperaturintervall von 0 bis 900 °C beträgt $\alpha_{0-900} = 0,48 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Dadurch ergibt sich eine Längeänderung des Rezipienten mit einer Länge von ca. 2010 mm aufgrund der Erwärmung von ca. $\Delta T = 700 \text{ K}$ auf Betriebstemperatur

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha \cdot \Delta T = 0,675 \text{ mm.}$$

Die Vergrößerung des Rohrdurchmessers von 90 mm im Einspannbereich der Spannfuttern aufgrund der Erwärmung auf Betriebstemperatur von ca. $\Delta T = 700 \text{ K}$ errechnet sich zu

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha \cdot \Delta T = 0,030 \text{ mm.}$$

Aufgrund dieser geringfügigen Ausdehnungen kann der Rezipient bei der hohen Betriebstemperatur im eingespannten Zustand an der vertikalen Glasdrehmaschine gehalten werden, ohne daß bedeutsame Spannung für die Festigkeit des Quarzglases entstehen.

Quarzglas weist eine relativ geringe Wärmeleitfähigkeit auf.

t	λ
-263 °C	0,10
-223 °C	0,50
20 °C	1,38
100 °C	1,47
200 °C	1,55
300 °C	1,67
400 °C	1,84
950 °C	2,68

Tabelle 3.2: Wärmeleitfähigkeit von Quarzglas λ in W/mK bei verschiedenen Temperaturen (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Quarzglas hat auch eine gute, optische Durchlässigkeit in allen Wellenlängen-Bereichen. Die Durchlässigkeit im Infrarotbereich (Wärmestrahlung) ist von besonderer Bedeutung für optische Temperaturmessungen sowie für die Erstellung von Wärmebilanzen. Die optischen Eigenschaften von Quarzglas hängen sehr stark von seiner chemischen Reinheit ab. Bereits geringe Verunreinigungen in der Größenordnung von 0,001 % bewirken ein merkliches Absinken der Durchlässigkeit. In Abb. 3.9 wird die optische Durchlässigkeit des HSQ-Quarzglas vom Ultraviolett- bis zu einer Wellenlänge von $3,2\text{ }\mu\text{m}$ im Infrarotbereich gezeigt.

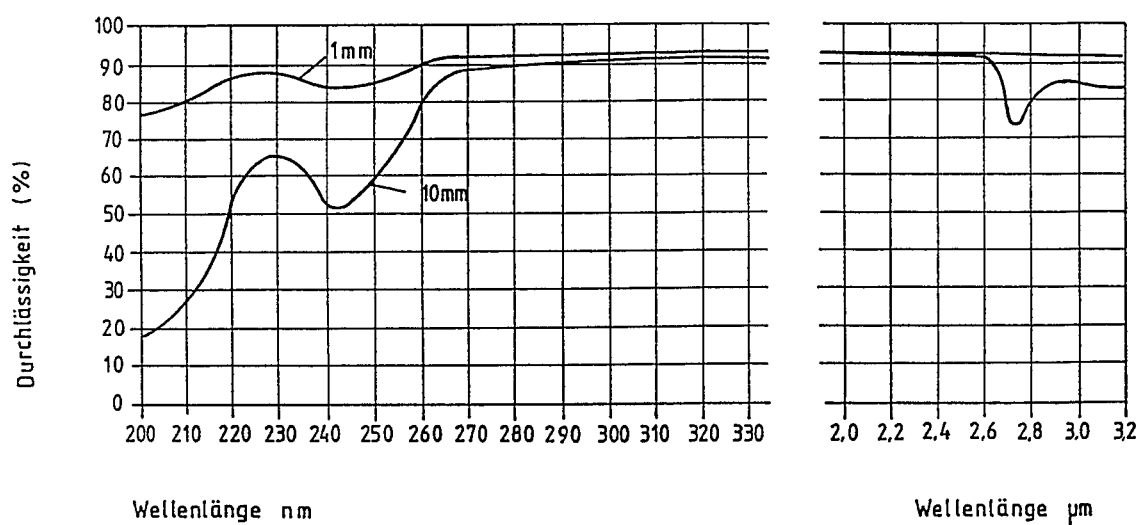


Abb. 3.9: Optische Durchlässigkeit von HSQ-Quarzglas (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Die Durchlässigkeit kann bis zu einer Wellenlänge von $2,6\text{ }\mu\text{m}$ im Infrarotbereich einen Wert von 94 % erreichen, was eine pyrometrische Messung des Tiegels ermöglicht.

Von großer Bedeutung für die GaAs-Kristallzüchtung und insbesondere für die Herstellung von semiisolierendem Material ist die chemische Reinheit des verwendeten Quarzglases. Fremdelemente aus dem Spurengehalt im Quarzglas könnten in die Schmelze als Verunreinigungen transportiert werden. In Tabelle 3.3 werden die geringen Spurengehalte von typischen Fremdelementen im HSQ-Quarzglas dargestellt.

Der relativ hohe Al-Gehalt liegt an der Dotierung der Außenseite von HSQ-Rohren in einer Tiefe bis zu $20\text{ }\mu\text{m}$ mit Al_2O_3 .

Symbol	HWQ 100 ... 400	HSQ 700/800
Al	10 ... 22	10 ... 22
As	< 0,002	< 0,002
Au	< 0,0001	< 0,0001
Ca	0,2 ... 1	0,2 ... 1
Cr	< 0,06	< 0,06
Cu	< 0,02	< 0,02
Fe	0,1 ... 0,3	0,1 ... 0,3
K	0,1 ... 0,5	< 0,1
Li	0,5 ... 1	< 0,1
Mg	0,1 ... 0,2	0,1 ... 0,2
Na	0,1 ... 0,2	< 0,1
Sb	< 0,0002	< 0,0002

Tabelle 3.3: Typische Fremdelemente in Quarzglas – in Gewicht–ppm – (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Außer der chemischen Reinheit wird der Einsatz des Quarzglases durch die As-Beständigkeit bei der hohen Betriebstemperatur begünstigt, die auch zu der Reinheit der GaAs-Schmelze entscheidend beiträgt.

Quarzglas ist nicht hygroskopisch, es verwittert nicht. Dies bedeutet, daß das beim Zusammenschmelzen des Rezipienten durch die Verbrennung des erforderlichen Gasgemisches entstehende Wasser nicht vom Quarzglas gebunden wird.

Der OH-Gehalt von HSQ-Quarzglas liegt unter 30 ppm. Dieser Gehalt wird bei fortgesetzter Temperung oder bei der Benutzung eines Rohres bei hoher Temperatur schnell auf 5 ppm vermindert. An Luft kann dieser Gehalt kaum unterschritten werden. Dies wird anhand des folgenden Beispieles verdeutlicht (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Bei Glühung an Luft nimmt der OH-Gehalt eines HSQ-Rohres von beispielsweise 29 ppm auf 5 ppm ab, während der Gehalt eines anderen HSQ-Rohres von unter 1 ppm auf denselben Endwert hin zunimmt, s. Abb. 3.10.

Der Rezipient der HWC-Apparatur wird auch an Luft aufgeheizt.

Der geringe OH-Gehalt im Quarzglas fördert die thermische Stabilität und die optische Durchlässigkeit im Infrarotbereich.

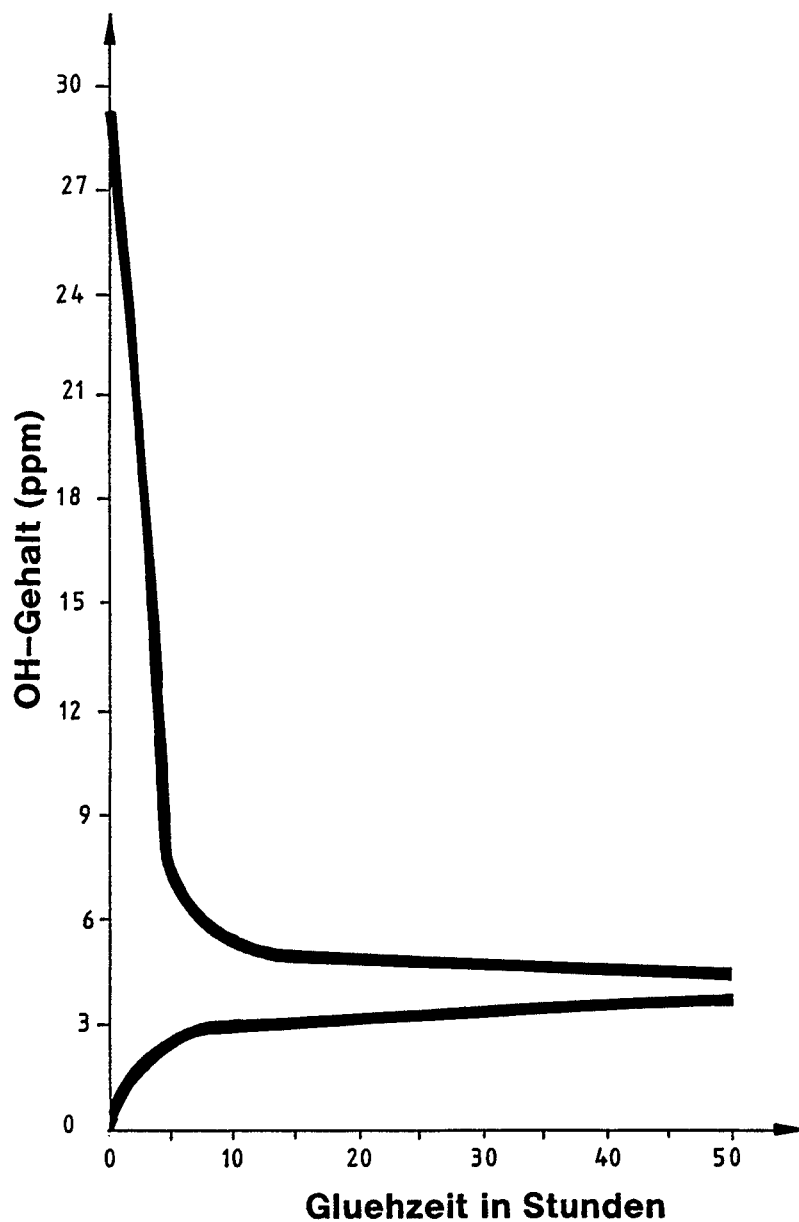


Abb. 3.10: OH-Gehalt in HSQ-Rohren an Luft (Heraeus Quarzschmelze 1988).

Quarzglas weist eine relativ hohe Diffusionssperrwirkung gegen die meisten Stoffe auf, s. Tab. 3.4. Dadurch wird das Eindringen von Verunreinigungen der äußeren Umgebung in den Kristallzuchtraum während des Betriebes verhindert.

Natrium	$\sim 10^{-5}$
Kalzium	$\sim 10^{-8}$
Aluminium	$\sim 10^{-13}$
Sauerstoff	$\sim 10^{-13}$

Tabelle 3.4: Diffusionskoeffizient von Metallionen und Sauerstoff in Quarzglas bei ca. 1100 °C, in cm²/s (Heraeus Quarzschmelze 1988).

3.4.4.2. Rezipient

Innerhalb des Rezipienten findet die Kristallzüchtung statt. Vor jeder Kristallzüchtung müssen Vorbereitungen durchgeführt werden. Die inneren Rezipientwände müssen chemisch gereinigt werden. Der Rezipient muß mit neuer GaAs-Charge, reinem Arsen und Impfkristall beladen werden. Um die Durchführung dieser Prozedur zu ermöglichen, muß der Rezipient mit mindestens einer Öffnung in einer danach abgestimmten Höhe versehen werden. Bei metallischem Rezipient könnte diese Öffnung eine lösbare Flanschverbindung sein. Die technische Realisierung von konventionellen Flanschverbindungen aus Quarzglas ist bei der hohen Betriebstemperatur mit Problemen verbunden. Außerdem ist eine Anwendung von B₂O₃-abgedichteten Flanschverbindungen, die bei Metallapparaturen vorgesehen werden, auszuschließen, da B₂O₃ das Quarzglas stark angreift. Aus diesen Gründen besteht der Rezipient aus zwei getrennten Teilen, die nach den für die Kristallzucht erforderlichen Vorbereitungen vakuumdicht zusammengeschmolzen werden.

Das Rezipient-Oberteil, s. Abb. 3.11, besteht aus zwei im Durchmesser unterschiedlichen Quarzglasrohren, die über eine Übergangsstelle miteinander verbunden sind.

Oberhalb der Übergangsstelle bildet sich der "Dom"-Bereich, in dem sich die magnetisch gelagerte Ziehwellen befindet. Für den Dom wurde ein Quarzglasrohr mit einem Außendurchmesser von 90 mm und einer Wandstärke von 2,5 mm ausgewählt. Der innere Durchmesser dieses Rohres von 85 mm erlaubt bei zentrisch gelagertem Rotor in dem sich zwischen aus Quarzglas bestehenden Rotorschutzhülle und innere Rohrwandung bildenden Ringspalt eine berührungslose rotatorische und translatorische Bewegung der Ziehwellen mit hängendem wachsenden Kristall (max. Durchmesser 3" bzw. ca. 75 mm). Dieser Ringspalt variiert nach den angegebenen Toleranzen der verwendeten Quarzglasteile zwischen 1,5 und 2,5 mm. Der Einsatz eines größeren Rohres für den "Dom"-Bereich des Rezipienten, das einen breiteren Ringspalt für das Lagerspiel der Ziehwellen bedeuten würde, wird durch den gesamten Lagerspalt der magnetischen Lagerung von 24 mm beschränkt, in dem noch das Heiz- und Kühlsystem des Domes eingebaut werden muß. Der in der Quarzglasschutzhülle eingeschmolzene Rotor hat eine Länge von 590 mm. Das obere Ende des Rezipienten bildet eine an das Rohr angeschmolzene Quarzglaskuppel, die 990 mm oberhalb der Übergangsstelle liegt. Dadurch wird ein maximaler Hub der Ziehwellen von 400 mm ermöglicht. Das Rohr wird

über das Rezipientende um 200 mm hinausgeführt, um eine ausreichende Einspannlänge im oberen Spannfutter der Glasdrehmaschine zu gewährleisten. Im Einspannbereich ist die Wandstärke zur Aufnahme der Spannkkräfte verstärkt.

Die Geometrie des sich unterhalb der Übergangsstelle des Rezipienten bildenden Bereiches wird hauptsächlich durch den Schmelztiegel vorgegeben. Für diesen Bereich wurde ein Quarzglasrohr mit einem Außendurchmesser von 130 mm und eine Wandstärke von 2,5 mm ausgewählt. Der innere Durchmesser dieses Rohres von 125 mm erlaubt das Einschieben des Schmelztiegels mit einem Außendurchmesser von 115 mm und einer Höhe von 110 mm. Das breitere Rohrteil des Rezipienten-Oberteils endet in der Verbindungsstelle 450 mm unterhalb der Übergangsstelle.

Seitlich wird an diesem Rohr unterhalb der Übergangsstelle das Sichtrohr unter einem bestimmten Winkel zur Rohr- bzw. Tiegelachse an einer an der Rohrwandung angearbeitenden Öffnung angeschweißt. Der Durchmesser sowie auch der Winkel des Sichtrohres zur Tiegelachse müssen die Beobachtung der gesamten Schmelzenoberfläche und des gesamten Kristalls auch bei absinkender Schmelzenoberfläche, aufgrund des wachsenden Kristalls, ermöglichen.

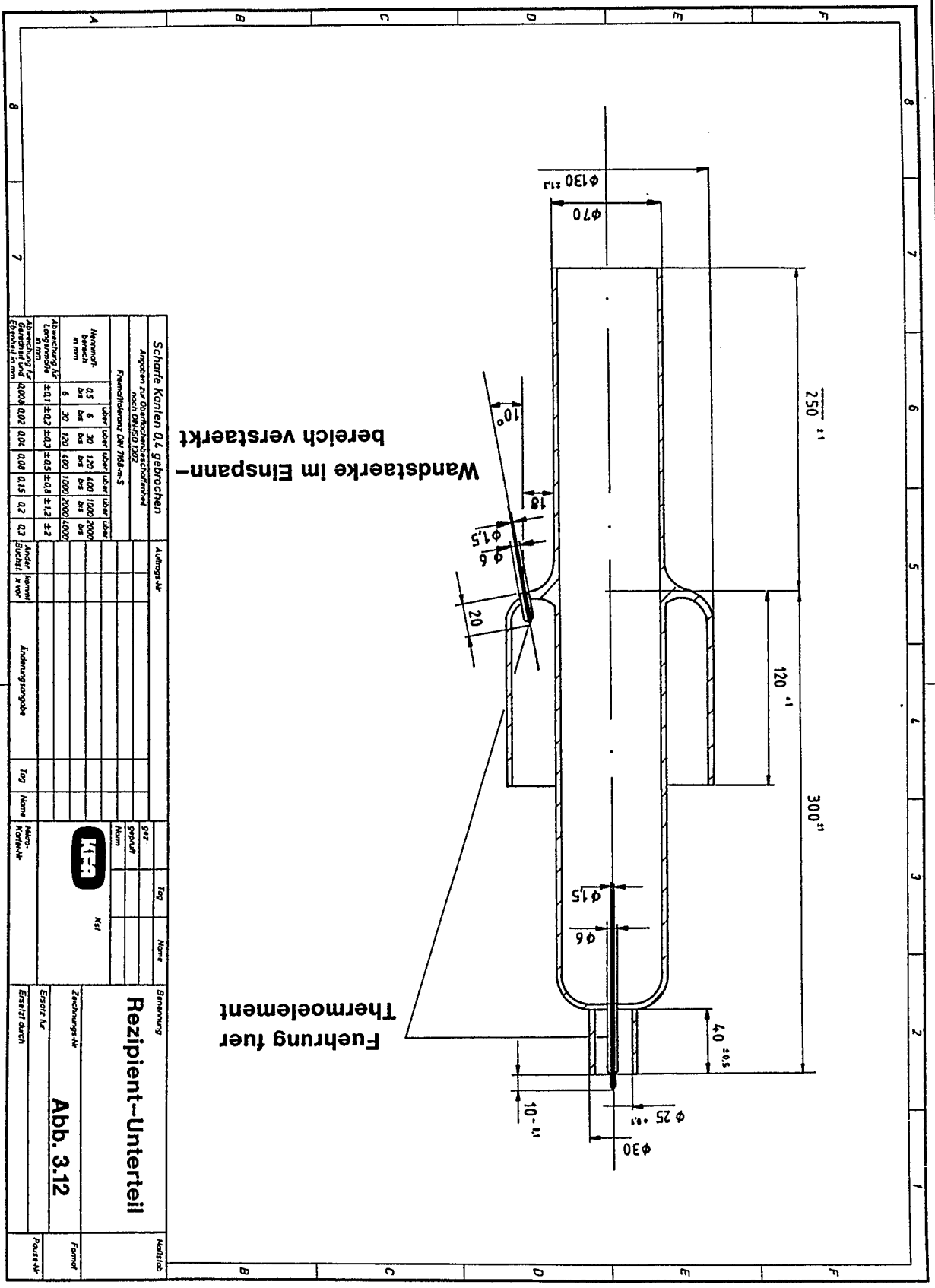
Das breitere Rohr des Rezipienten-Oberteils ist mit zwei zusätzlichen rohrförmigen Ansätzen versehen. Durch diese Ansätze wird Stickstoff zum Druckausgleich in den Rezipient während des Zusammenschmelzens der beiden Rohrteile eingeleitet. Nach dem Zusammenschmelzen wird dadurch die As-Quelle mit reinem Arsen gefüllt. Zum Schluß dienen diese Ansätze zum Anschluß der Evakuiereinrichtung des Rezipienten.

Das Rezipient-Unterteil, s. Abb. 3.12, besteht aus einer Quarzglassäule, an der das Anschlußrohrstück zum Rezipient-Oberteil angesetzt ist. Die Quarzglassäule wird an dem oberen Ende durch einen Deckel abgeschlossen. An diesem Deckel ist ein Glasrohrstück mit einem Durchmesser von 30 mm angeschmolzen. In diesem Rohrstück wird der Tiegel mit einem passend angearbeitenden Zapfen eingesetzt, so daß er auf der Glassäule stabil sitzt. In der Mitte dieses Rohrstückes wird ein oben geschlossenes Kapillarglasröhrchen als Führung für ein Thermoelement zur Messung der Temperatur im Schmelztiegel eingeführt, das an einer in der Mitte des Deckels angearbeiteten Öffnung zugeschmolzen wird. Die Länge des Kapillarröhrchens ist so ausgelegt, daß dessen Spitze und damit das Thermoelement bis in den Boden des Tiegels durchgeführt werden kann.

Die Länge der Glassäule beträgt 510 mm. Das Anschlußrohrstück zum Rezipient-Oberteil mit einem Außendurchmesser von 130 mm und einer Länge von 120 mm wird 250 mm über dem unteren Ende der Glassäule angesetzt, so daß beim Zusammensetzen der beiden Rezipiententeile die Tiegeloberkante 160 mm unterhalb der Übergangsstelle des Rezipient-Oberteils reicht. Dieser Abstand ist für eine ausreichende Sicht durch das Sichtrohr bei absinkender Schmelze in dem Tiegel erforderlich.

Diese Pause unterliegt - nicht - dem Änderungsdienst.

Für diese Zeichnung beanspruchen wir alle Urheberrechte auch für den Fall der Patentanmeldung oder Gebrauchsmusteranmeldung. Vervielfältigung oder Weitergabe an Dritte nur nach unserer vorherigen Zustimmung.



Schulfe Kohlen D, gebrochen										Menge		Zug		Name		Bemerkung		Notiz	
Angaben für die Nachschubrechnung										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Freiwilligkeit für 788 m/s										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Mengen										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
m mm										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
0,5	6	30	120	400	1000	2000	über	über	über	über	über	über	über	über	über	über	über	über	über
6	30	120	400	1000	2000	4000	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis	bis
Längsmenge										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±0,1										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±0,2										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±0,3										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±0,5										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±1,2										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
±2										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Abweichung für										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Gründung für										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Einschulung										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Gründung für										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Gründung für										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	
Gründung für										Stückzahl		Preis		Menge		Bemerkung		Notiz	

Rezipient-Unterteil

Abb. 3.12

Die Verbindungsstelle der beiden Rezipiententeile liegt 180 mm unterhalb der Tiegelunterkante, so daß die beim Zusammenschmelzen entstehenden Verunreinigungen nicht auf den mit GaAs gefüllten Tiegel fallen.

Beide Endflächen, die die Verbindungsstelle beider Rezipiententeile bilden, müssen planparallel, senkrecht zur Achse geschliffen werden.

Am unteren Ende des Rezipient-Unterteils befindet sich die As-Quelle. In dem ringförmigen Zwischenraum wird das reine Arsen, als Granulat, verteilt. An dem runden Ansatzstück wird ein Kapillarröhrchen als Führung für ein Thermoelement eingelassen. Dieses Thermoelement dient zur Überwachung der dem Dampfdruck im Rezipienten bestimmenden Temperatur des reinen Arsens und zur Regelung des As-Ofens. Die As-Quelle liegt ca. 250 mm unterhalb der Tiegelunterkante. Durch diese Entfernung und zwischengebaute Wärmeschilder soll die Arsenquelle von der durch den Tiegel abgestrahlten Wärme entkoppelt werden.

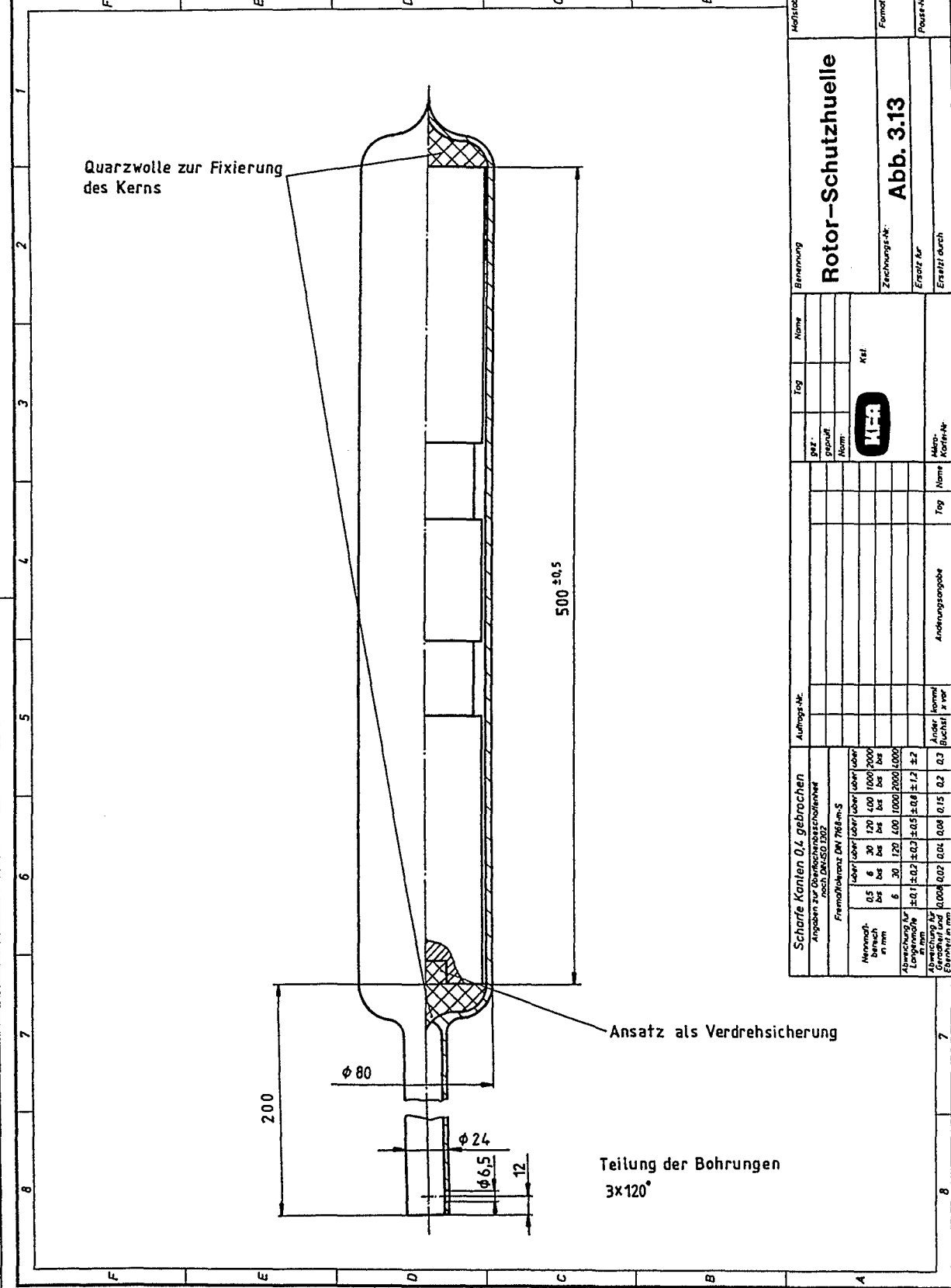
An dem unteren Stück der Glassäule mit einer Länge von 250 mm wird das Rezipient-Unterteil in dem unteren Spannfutter der Glasdrehmaschine eingespannt.

3.4.4.3. Rotor-Schutzhülle

Der gesamte Rotor der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung muß zum Schutz vor dem korrosiven As-Dampf von einer Quarzglashülle dicht eingeschlossen werden, s. Abb. 3.13.

Der zylinderförmige Rotor hat einen Durchmesser von 74 mm und eine Länge von 500 mm. Die Schutzhülle besteht aus einem hohlzylindrischen Quarzglasrohr mit einem Außendurchmesser von 80 mm und einer Wandstärke von 2 mm, das mit zwei Kuppeln aus Quarzglas, als Deckel und Boden, zusammengeschmolzen wird. Der innere Durchmesser des Rohres erlaubt eine radiale Wärmeausdehnung des Rotors, ohne daß eine Gefahr für das Glas besteht. Aufgrund des vorhandenen Ringspaltes zwischen Rotor und Rohrwandung muß der Rotor im Rohr zentriert werden. Die Zentrierung erfolgt durch einen nach oben gerichteten elipsenförmigen Ansatz in der unteren Kuppel, der an einer gleich gestalteten Bohrung im Boden des Rotors endet. Hiermit wird gleichzeitig ein mögliches Verdrehen des Rotors gegenüber der Schutzhülle verhindert. Da der Rotor rechtwinkelig endet, müssen die zwischen Kuppeln und Endflächen des Rotors entstehenden Hohlräume mit Quarzwolle ausgefüllt werden, so daß eine stabile Positionierung des Rotors in der Schutzhülle entsteht und gleichzeitig eine axiale Wärmeausdehnung des Rotors ermöglicht wird.

Am unteren Ende der Rotorschutzhülle ist ein Quarzglasrohrstück als Verbindungsstück zur Impfkristallhalterung angeschmolzen. Die Verbindung zur Halterung wird durch drei Stifte hergestellt, die in drei in dem Verbindungsstück eingearbeitete Bohrungen eingreifen.



Für diese Zeichnung beanspruchen wir als Urheberrechte
 auch für den Fall der Patentverletzung oder Gebrauchsmuster-
 Verletzung Vervielfältigung oder Weitergabe an
 Dritte nur nach unserer vorherigen Zustimmung

Diese Pause unterliegt - nicht -
 dem Änderungsdienst.

Scharfe Kanten 0,4 gebrochen										Auftrags-Nr.		Benennung		Kofisid					
Angaben zur Oberflächenbeschaffenheit																			
nach DIN-ISO 1302																			
Fremdfraktion DIN 7181-m-S																			
Hauptbereich		0,5		6		30		120		400		1000		2000					
in mm		bis		bis		bis		bis		bis		bis		bis					
Abweichung in mm		6		30		120		400		1000		2000		4000					
in mm		±0,1		±0,2		±0,3		±0,5		±0,6		±1,2		±2					
Abweichung in mm										Änderungszugabe		Tag		Name		Mikro-Kanten-Nr.			
Abweichung in mm										0,008		0,02		0,04		0,15		0,2	
Ergänzt in mm										Buchst.									
Rotor-Schutzhuelle																			
Abb. 3.13																			
Zeichnungs-Nr.																			
Formel																			
Ersatz-Nr.																			
Ersatz durch																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			
Kitt																			

3.4.5. Impfkristallhalterung

Dieses Bauteil der Ziehwellen dient zum stabilen und zentrischen Haltern des Impfkristalls und damit auch des an ihm wachsenden Kristalls während die gesamte Ziehwellen in Hub- und Drehbewegung bis zur Beendigung des Kristallziehvorganges versetzt wird. Die Impfkristallhalterung wird an dem Verbindungsstück am unteren Ende der Rotorschutzhülle angeschlossen.

Da das Galliumarsenid ein sprödes, unter mechanischen Belastungen brüchiges Material ist, kann man den Impfkristall weder mit Gewinde noch mit Bohrungen versehen.

Der Aufbau der Impfkristallhalterung muß gegen ein Durchrutschen des Impfkristalls durch das Gewicht des an ihm wachsenden Kristalls sowie auch gegen ein Verdrehen des Impfkristalls in der Halterung, aufgrund der auf ihn in entgegengesetzter Drehrichtung wirkenden Reibungskräften in der Schmelze gesichert werden.

Die Montage der Halterung an der Rotorschutzhülle und des Impfkristalls an der Halterung findet nach dem Einschieben des Rotors in den Rezipient-Oberteil, oberhalb der Übergangsstelle, in einem für die Verwendung von Werkzeugen unzugänglichen Ringspalt statt. Aus diesem Grund sollte die Konstruktion eine einfache Montage der Halterung und des Impfkristalls mit einer Hand in den engen Spalt ermöglichen. Dazu sollten die Abmessungen des Bauteils möglichst klein gehalten werden.

3.4.5.1. Aufbau und Funktion

Die Halterung besteht aus einem Graphitteil, an dem ein Molybdängewindestück, als direkter Impfkristallhalter angeschlossen wird, s. Abb. 3.14.

In der oberen zentrischen Bohrung des Graphitteils (2), Durchmesser 24,5 mm, wird die Verbindung mit der Rotorschutzhülle (1) hergestellt. In dieser Bohrung wird das am unteren Ende der Rotorschutzhülle angesetzte, rohrförmige Verbindungsstück (1) versenkt und durch drei seitlich einschraubbare Haltestifte (3) zentrisch befestigt. Dazu sind bei dem Graphitteil drei seitlich um 120° versetzte Gewindebohrungen und bei dem Quarzglasstück drei gleich verteilte Bohrungen vorgesehen. Dadurch kann der Graphitteil durchrutsch- und verdrehsicher an der Rotorschutzhülle befestigt werden.

In der unteren zentrischen Gewindebohrung des Graphitteils wird der Impfkristallhalter aus Molybdän (4) eingeschraubt. An diesem Teil wird der Impfkristall (5), der mit einer Kerbe versehen ist, durch einen 0,5 mm dicken Molybdändraht zentrisch befestigt.

Durch die Schraubverbindung des Molybdänteils mit dem Graphitteil ist der Impfkristall gegen ein Durchrutschen aufgrund des Kristallgewichtes gesichert. Damit diese Schraubverbindung aufgrund der in der Schmelze erzeugten und auf den Kristall wirkenden Reibungskräfte nicht gelöst wird, muß die Ziehwellen im Uhrzeigersinn gedreht werden.

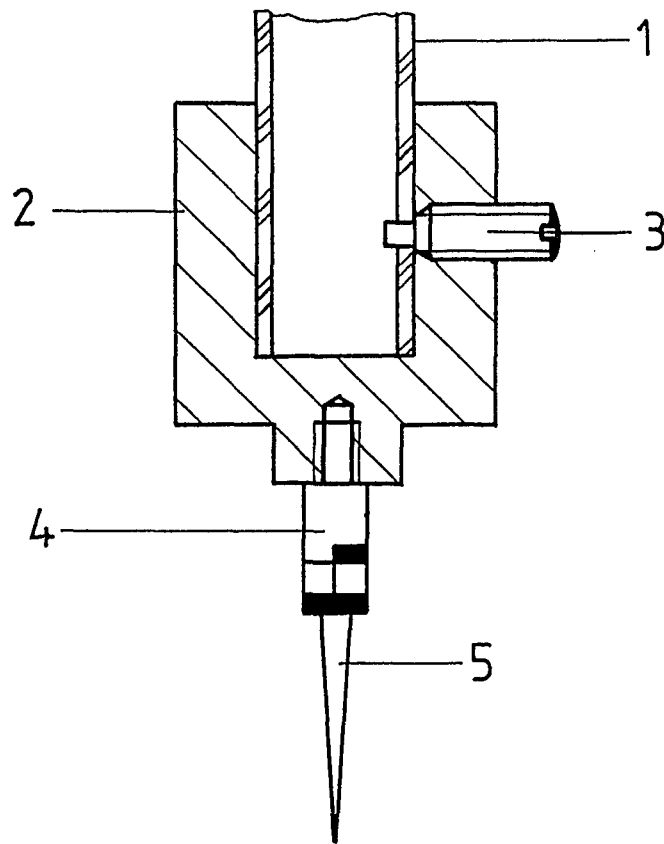


Abb. 3.14: Aufbau der Impfkristallhalterung.

1. Verbindungsstück der Rotorschutzhülle, 2. Graphitteil, 3. Haltestift, 4. Molybdänteil, 5. Impfkristall

Nach diesem Aufbau der Impfkristallhalterung kann der Graphitteil mit einer Hand an dem Verbindungsstück des in dem Rezipient-Oberteil gelagerten Rotors positioniert und montiert werden und dann der Molybdänteil mit befestigtem Impfkristall daran eingeschraubt werden.

3.4.5.2. Konstruktion

Da sich die Impfkristallhalterung in dem Kristallzuchtraum befindet, wird sie hauptsächlich aus Graphit (EK 90) gebaut. Der Graphit weist eine ausreichende Arsen- und Temperaturbeständigkeit auf. Außerdem reichen die Festigkeitswerte dieses Werkstoffes bei den auftretenden Belastungen durch das Gewicht der Halterung und des Kristalls, insgesamt ca. 4,2 Kg, aus.

Weil beim Einschrauben und insbesondere beim Festziehen von Graphitschrauben von kleinen Abmessungen (M5) das Gewinde brechen kann, wird das Verbindungsstück des Impfkristalls mit dem Graphitteil aus Molybdän gebaut (L. Thier 1990).

3.4.6. Ringbrenner und -halterung

3.4.6.1. Ringbrenner

Zum Zusammenschmelzen der beiden Rezipientteile wurde ein spezieller Brenner bei der Fa. Arnold in Weilburg an der Lahn gebaut. Dieser Brenner sollte folgende Anforderungen erfüllen:

- Gleichmäßige und konzentrierte Aufheizung durch die Brennerflamme des gesamten Umfangs der Verbindungsstelle der Anschlußrohrstücke des Rezipienten mit einem relativ großen Durchmesser von 130 mm auf die erforderliche Schmelztemperatur bei ca. 2500 – 2600 °C.
- Einschränkung des Flammenwirkungsbereichs, so daß eine dadurch hervorgerufene Erwärmung des Versuchsraums möglichst begrenzt wird bzw. eine erträgliche Umgebungstemperatur für die anwesenden Glasbläser nicht überstiegen wird.

Zur gleichmäßigen Verteilung der Flammeneinwirkung besteht der Brenner aus zwölf kleinen Düsen, die auf einen Halbkreis gleichmäßig verteilt sind. Die Verbindungslinie der Düsenöffnungen bildet einen Halbkreis mit einem Durchmesser von 135 mm. Um die Verbindungsstelle gleichmäßig aufzuheizen, muß der Rezipient während des Zusammenschmelzens mit etwa 50 Umdrehungen pro Minute gedreht werden.

Zur Einschränkung des Flammenwirkungsbereichs wurden die Düsen so ausgelegt, daß die maximale Flammenbreite 10 mm beträgt. Der Ringbrenner wurde aus nicht rostendem Edelstahl gebaut. Er ist zusätzlich wassergekühlt.

Das Brenngas besteht aus einem $H_2 : O_2$ -Gemisch (Knallgas) mit einem Mischungsverhältnis von ca. $H_2 : O_2/2:1$.

3.4.6.2. Aufbau und Funktion der Ringbrennerhalterung

Diese Halterung dient zum stabilen Haltern des Ringbrenners und zur genauen Positionierung der Ringbrennerdüsen an der kreisförmigen Verbindungsstelle der beiden Rezipientteile.

Die Positionierung des Ringbrenners erfolgt durch zwei verstellbare Bewegungsmöglichkeiten der Halterung, s. Abb. 3.15:

- In der Ebene der Verbindungsstelle der Rezipiententeile durch eine Gleitführung des Ringbrenners. Dadurch werden die Düsen nah (Abstand 10 – 20 mm) an die kreisförmige Verbindungsstelle herangebracht. Der Fahrweg der Gleitführung ermöglicht die Verstellung dieses Abstandes zum optimalen Zusammenschmelzen des Rezipienten sowie auch die Entfernung des Ringbrenners aus seinem Arbeitsbereich nach Beendigung des Zusammenschmelzens.
- In Richtung parallel zur Rezipientachse. Die Halterung wird an dem kleineren fahrbaren Maschinensupport der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen. Dadurch werden die Düsen genau in der Höhe der Verbindungsstelle der Rezipiententeile gefahren. Außerdem kann der Ringbrenner bei verschiedenen langen Rezipienten und hohen Verbindungsstellen eingesetzt werden.

Da die Halterung mit dem Brenner nach dem Zusammenschmelzen aus dem Arbeitsbereich entfernt werden muß, besteht sie im wesentlichen aus einer Führungsplatte (1) und einem Führungsschlitten (2) s. Abb. 3.15, die durch eine Gleitlagerung miteinander gekoppelt sind. Dadurch wird das Ein- und Ausfahren der Teile ermöglicht.

Der Brenner wird an den zwei Befestigungswinkeln (3) des Führungsschlittens durch eine Schraubverbindung angeschlossen. Die Schraubverbindung ermöglicht die einfache Montage und Demontage des Brenners bei jedem Versuch.

Damit der Führungsschlitten (2) eine höhere Festigkeit und die Möglichkeit einer günstigen seitlichen Führung erhält, wurde er als U-Profil ausgelegt. Der Schlitten wird seitlich durch zwei pro Seite federnde Druckstücke (4), die am Ende der Schenkel des Schlittens eingeschraubt sind, geführt. Die seitliche Führung des Schlittens wird durch ein Langloch (5) in der Mitte des Bauteils unterstützt, das den gesamten Fahrweg des Schlittens auf 350 mm bestimmt. Um die Gleitführung des Schlittens zu erleichtern und den dadurch hervorgerufenen Verschleiß der Führungsplatte zu reduzieren, werden zusätzlich zwei Gleitschienen (6) auf der Führungsplatte (1) aufgeschraubt. Der Führungsschlitten wird in der horizontalen Ebene durch einen verstellbaren Klemmhebel (7) gehalten, der durch den Führungsschlitz (5) im Schlitten in die Führungsplatte (1) eingeschraubt wird.

Die Führungsplatte (1), die die maximalen Belastungen erfährt, wird durch zwei Tragelemente (8) unterstützt. Die drei Bauteile werden durch in Abständen angebrachte Kehlnähte miteinander verschweißt.

Um das Verschrauben der Halterung an den T-Nuten des Maschinensupports zu ermöglichen, wird am stärkeren Ende der Tragelemente eine Halteplatte (9) durch Kehlnähte angeschweißt. Die Halteplatte ist mit einseitig offenen Langlöchern versehen, um die Montage am Support zu vereinfachen.

3.4.6.3. Konstruktion

Die Ringbrennerhalterung wurde hauptsächlich als eine Schweißkonstruktion ausgelegt. Die Führungsplatte (1), die Gleitschienen (6), die Tragelemente (8) und die Halteplatte (9) wurden aufgrund des geringeren Gewichts aus AlMg₃ (3.3535.08) angefertigt. Diese Teile werden durch in Abständen angebrachte Kehlnähte zu einer Baukomponente miteinander verschweißt. Damit Teile aus AlMg₃ geschweißt werden können, müssen sie vorher vorgeheizt werden. Der durch das Schweißen entstehende Verzug der Teile wird durch vorher angegebene Schweißaufmaße bei der Einzelteilherstellung ausgeglichen, indem nach dem Schweißen die gesamte Baukomponente nochmals auf Endmaß bearbeitet wird.

Die Berechnung der Konstruktion dieser Baukomponente hat eine ausreichende Sicherheit der Festigkeitswerte nachgewiesen. Die zwei Befestigungswinkel (3) des Brenners werden auch durch Kehlnähte am vorderen Ende des Führungsschlittens (2) angeschweißt. Diese zusammengeschweißte Teile bilden die zweite Baukomponente der Halterung, die aus nichtrostendem Edelstahl (1.4541) gefertigt wurde. Da diese Baukomponente sich beim Zusammenschmelzen des Rezipienten näher an der Brennerflamme befindet, wird sie mehr durch die abgestrahlte Wärme aufgeheizt. Der Edelstahl weist eine höhere Temperaturbeständigkeit und Festigkeitsgrenze als AlMg₃ auf. Außerdem besteht die Gefahr bei der Fertigung beider Teile der Gleitführung (Führungsplatte bzw. Gleitschienen und Führungsschlitten) aus AlMg₃ daß sich an den Flächen der Gleitführung erhöhter Verschleiß durch "Fressen" der beiden gleichen Werkstoffe bemerkbar macht. Der Führungsschlitten (2) wird durch das Gewicht des Ringbrenners und das Eigengewicht hauptsächlich auf Biegung beansprucht. Die beim vollausgefahrenen Schlitten auftretende maximale Spannung, die auf dem U-förmigen Querschnitt des Schlittens wirkt, beträgt

$$\sigma_{bZug} = 13,6 \text{ N/mm}^2 \leq \sigma_{bZugzul} = 119 \text{ N/mm}^2 \text{ (Edelstahl (1.4541) bei } 500 \text{ }^{\circ}\text{C})$$

Die durch die federnden Druckstücke (4) bewirkte seitliche Führung des Führungsschlittens (2) machte eine aufwendige Bearbeitung der gesamten, inneren Schenkelflächen des Schlittens sowie der Seiten der Führungsplatte nach einem Paßmaß überflüssig (A. Hahn 1989).

3.4.7. Heizungen

Zum optimalen Ablauf des GaAs-Kristallzuchtprozesses nach dem HWC-Verfahren sollen die erforderlichen, thermischen Verhältnisse im Rezipient herrschen. Dazu sind folgende Heizkreise:

- Heizung des Dombereiches des Rezipienten. Sie sorgt zur Temperierung des Domes auf die Betriebstemperatur von 700 °C. Diese Heizung wird im Kap. 4 behandelt,

- HF-Heizung des Schmelztiegels,
- Sichtheizung,
- As-Ofen.

3.4.7.1. Heizung des Schmelztiegels

Diese Heizung sorgt zum Aufheizen des Schmelztiegels (pBN-Tiegel) auf die GaAs-Schmelztemperatur während der Kristallzüchtung. Dazu wurde eine Hochfrequenz-Heizung ausgewählt, da durch diese Form einer induktiven Heizung auf jegliche Durchführungen verzichtet werden kann. Der Graphittiegel dient dabei als Suszeptor.

Die eingesetzte HF-Heizung (Fa. Hüttinger-Typ IG60/400) besteht aus drei Einheiten. Der HF-Generator befindet sich in einem eigenen Raum neben dem Versuchsraum. Der HF-Sender steht im Versuchsraum außerhalb der äußeren Sicherheitskapsel. An dem HF-Sender wird die HF-Spule angeschlossen. Die Steuereinheit der HF-Heizung befindet sich im Steuerraum, s. Abb. 3.16.

Die maximale Klemmenleistung der HF-Heizung beträgt 72 KW, der Nennstrom 205 A, während die Frequenz im Bereich 400 – 600 KHz liegt. Die erforderliche Leistung der Tiegelheizung wurde im Kap. 5 zu 12 bis 13 KW berechnet. Demnach sollte die Betriebsleistung der HF-Heizung zwischen 16,66 – 18,05 % der Nennleistung betragen. Durch die kleine Belastung der Heizung kann die Wahrscheinlichkeit von eventuellen Störungen während des Betriebes vermindert werden.

Zur Justierung der HF-Spule, relativ zur Position des Tiegels um das Quarzglasrohr des Rezipienten, wurde der Sender auf einen speziellen Ständer aufgebracht, s. Abb. 3.2. Dieser Ständer wurde mit drei Bewegungsmöglichkeiten versehen:

- Zweiachsige Verschiebung des HF-Senders in der horizontalen Ebene in X-Y-Richtung.
- Höhenverstellung des HF-Senders.

Die Bewegungen werden durch elektromotorischen Antriebe erzeugt.

3.4.7.2. Sichtheizung

Die Sichtheizung sorgt zum erforderlichen Aufheizen des Sichtfensters auf ca. 1000 °C, so daß eine Kondensation von GaAs am Sichtfenster vermieden wird. Dadurch wird eine einwandfreie Sicht im Rezipient gewährleistet.

Die Heizung besteht aus einem auf einen Glaszylinder gegensinnig gewickelten Heizdraht (Fa. Kanthal). Der Glaszylinder hat dabei eine elektrisch isolierende Funktion. Die einzelnen Heizdrähte werden gegeneinander zusätzlich durch Glasröhrchen elektrisch isoliert, wobei die Heizdrähte jeweils durch ein Glasröhrchen durchgeführt werden. Die zusammengesetzte Heizung wird auf das Sichtrohr geschoben. Um die radialen Wärmeverluste der Sichtheizung zu reduzieren, wird sie durch eine 70 mm dicke Isolierung bestehend aus $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Isoliermatten ummantelt.

Die erforderliche Heizleistung der Sichtheizung wurde im Kap. 5 zu 258 W berechnet, während die erstellte Heizung für eine maximale Leistung von 1 KW ausgelegt wurde. Bei dieser Leistung hat die erstellte Sichtheizung in Aufheizversuchen eine ausreichende Funktionsfähigkeit erwiesen (L. Thier 1990).

3.4.7.3. As-Ofen

Der As-Ofen heizt den Bereich der As-Quelle des Rezipienten der HWC-Quarzglasapparatur auf die zum Aufbau des As-Gleichgewichtsdampfdrucks erforderliche Temperatur auf. Die erforderliche Heizleistung des As-Ofens wurde für eine Temperatur von 653 °C im stationären Zustand im Kap. 5 zu 150 W berechnet.

Der As-Ofen besteht aus einem zylindrischen Heizmodul der Fa. Kanthal. Dieser Heizer hat einen Innendurchmesser $D_i = 136$ mm, einen Außendurchmesser $D_a = 300$ mm und eine Höhe $h = 250$ mm. Diese Abmessungen des As-Ofens wurden so ausgelegt, daß im Rezipient der erstellten HWC-Anlage die Niederdrucksynthese von GaAs durchführbar ist. Die dicken Ofenwände bestehen aus einem wärmeisolierendem Material. Dadurch werden die radialen Wärmeverluste des Ofens effektiv reduziert. Der Ofen wird in zwei Halbschalen geteilt, um eine Montage bzw. Demontage bei zusammengeschmolzenem Rezipient zu ermöglichen.

Der As-Ofen wurde für eine Heizleistung von 2 KW ausgelegt. Zur Regelung des As-Ofens mit einer Genauigkeit von ± 1 K dient ein PID-Regler. Dazu wird ein Regelthermoelement direkt an der Wandung der As-Quelle eingebracht.

Der Ofen wird durch eine Halterung aus nichtrostendem Stahl (1.4541), die ebenfalls aus zwei Halbschalen besteht, zusammengehalten. Die Halterung wird an der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen. Außerdem wird durch diese Halterung eine Zentrierung und eine Höhenverstellung des As-Ofens im Bereich der As-Quelle des Rezipienten ermöglicht.

3.4.8. Meßwerterfassung

In der ersten Ausbaustufe sollten nur die Temperaturen erfaßt werden, die für die Kristallzucht nach dem HWC-Verfahren prinzipiell notwendig sind.

Die axiale Temperaturverteilung der Domheizung wird an vier Positionen durch doppelte, um 180° versetzte NiCr–Ni Thermoelemente registriert.

Die Temperatur des Graphittiegels wird zweifach erfaßt. Der Graphittiegel besitzt im Boden eine Bohrung, in die ein NiCr–Ni Thermoelement eingeführt wird. Dieses Thermoelement ist von einem Quarzglasrohr eingekapselt, um es vor dem As–Dampf zu schützen. Seitlich wird die Temperatur des Tiegels an einem Fixpunkt über ein Pyrometer der Firma Accufiber gemessen. Das Auflösungsvermögen ist mit $7 \cdot 10^{-6}$ K angegeben, die Anzeige gibt 10^{-2} K an. Dadurch ist das Pyrometer sehr geeignet, minimale Temperaturänderungen zu registrieren und anzuzeigen. Der Impfprozeß und die Durchmesserkontrolle des wachsenden Kristalls können damit über eine Fernsehkamera vom Steuerraum aus exakt durchgeführt werden.

Die Temperatur der As–Quelle wird wiederum von einem NiCr–Ni Thermoelement erfaßt. Das Thermoelement ist in einem Quarzglasrohr am Boden des Rezipienten angebracht, so daß sichergestellt ist, daß die kälteste Stelle den As–Dampfdruck bestimmt. Dieses Thermoelement dient gleichzeitig als Regelthermoelement der As–Quelle.

Alle Temperaturen, mit Ausnahme die des Pyrometers, werden zur nachträglichen Auswertung von einem Siemens 32–Kanal–Schreiber, Modell C1732, registriert und dargestellt. Dieses Modell ist mit einer zusätzlichen Alarmfunktion ausgestattet, die für die kälteste Stelle der Domheizung eingesetzt wird. Dadurch wird verhindert, daß bei einer unbemerkten Störung erstens der As–Dampfdruck nicht mehr von der As–Quelle definiert wird und zweitens sich Arsen im Domheizungsgebiet niederschlagen und zu Behinderungen des Rotors bzw. zum Glasbruch führen kann.

Außerdem werden durch Temperaturmeßfühler die Temperaturen an den Ausläufen der Kühlsysteme und die Versuchsraumtemperatur gemessen. Dadurch soll die Erhaltung der thermischen Anforderungen im Stator der magnetischen Lagerung und im Versuchsraum kontrolliert werden. Der Druckabfall sowie der Volumenstrom des Kühlwassers werden ebenfalls bei den eingesetzten Kühlungen erfaßt.

3.4.9. Sicherheitsvorrichtungen

Der Quarzglasrezipient weist eine hohe Dichtheit auf. Er wird vor jeder Kristallzucht vakuumdicht ($p \approx 10^{-5}$ Torr) zugeschmolzen. Bei ihm entfallen die bei hohen Temperaturen anfälligen Flanschverbindungen, Dichtungen und Verschlüsse vollkommen. Quarzglas ist korrosions- und hochtemperaturbeständig und weist eine Diffusionssperrwirkung gegen die meisten Stoffe auf. Die Festigkeitswerte von Quarzglas nehmen sowohl bei fallender als auch bei steigender Temperatur zu, wenn man von Zimmertemperatur ausgeht und eine Temperatur von 800°C nicht überschreitet. In diesem Temperaturbereich bewegt sich die thermische Belastung des größten Teils der Apparatur. Das bedeutet, daß Quarzglas für den Normalbetrieb ein günstiges Rezipientmaterial darstellt.

Trotz dieser sicherheitsrelevanten Aspekte der Apparatur erfordert der sichere Betrieb der konzipierten Anlage intensive Sicherheitsmaßnahmen gegen mögliche Störfälle.

Stromausfall oder defekte Heizungen können eventuell einen Bruch des Rezipientquarzglas verursachen. In diesem Fall wird das bei Betriebstemperatur gasförmige Arsen (As_2 , As_4), das den gesamten Rezipient füllt, in die Umgebung der Anlage austreten und staubförmiges, toxisches As_2O_3 bilden. Außerdem ist bei Quarzglas wie auch bei glasähnlichen und keramischen Stoffen mit Schwankungen in den Festigkeitswerten von Stück zu Stück zu rechnen, was die Bruchwahrscheinlichkeit erhöht und die Handhabung unter mechanischen Belastungen erschwert.

3.4.9.1. Schutzmaßnahmen zum sicheren Betrieb der HWC-Apparatur

Die unternommenen Sicherheitsmaßnahmen werden anhand einer Analyse des Standortes der Anlage, s. Abb. 3.16, erläutert.

Der Versuch findet in einem abgeschlossenen Raum statt. Der obere Teil der Apparatur mit einer Höhe von 4,5 m befindet sich geschützt innerhalb einer festen Schutzhaube, die auf die Raumdecke in 3,47 m Höhe aufgesetzt wird, s. auch Zusammenstellung der HWC-Anlage in Abb. 3.2.

Die Luft dieses Raums wird während des Versuches bis zur Abkühlung der Apparatur auf Raumtemperatur durch eine zweifache Absaugvorrichtung, (4) und (7) in Abb. 3.16, abgesaugt und durch Filter gereinigt. Außerdem wird die Luft des Versuchsraums durch ein automatisches As_2O_3 -Dosimeter überwacht.

Die Apparatur wird von zwei wassergekühlten Sicherheitskapseln, die jeweils mit einem Absauganschluß ausgerüstet sind, umgeben.

Die innere Sicherheitskapsel (3) umgibt unmittelbar den heißen Rezipient (1). Sie dient gleichzeitig zur Aufnahme der durch den heißen Rezipient nach außen übertragenen Wärme, um eine Erwärmung des Versuchsraums über 25 °C zu vermeiden.

Die äußere Sicherheitskapsel (6) schließt die vertikale Glasdrehmaschine (5) vom Boden bis zur Decke des Versuchsraums ein. Sie dient als zusätzliche Sicherheitsmaßnahme im Versuchsraum im Fall eines Quarzglasbruchs und als zusätzliche Temperatursenke zur Aufrechterhaltung der optimalen Betriebstemperatur der Regelungselemente der magnetischen Lagerung (15 – 25 °C).

Nach einer Versuchsvorbereitung unter Berücksichtigung aller sicherheitstechnischen Punkte, sie wird im nächsten Kapitel detailliert beschrieben, wird der Versuchsraum geschlossen. Die Experimentatoren führen die Kristallzüchtung mittels der Steuer- und Meßwerterfassungseinheiten (15) im Steuerraum neben dem Versuchsraum durch. Das Kristallwachstum wird durch eine im Versuchsraum über das Sichtrohr des Rezipienten installierte Kamera (12) aufgenommen und über einen Monitor (13) im Steuerraum von den Experimentatoren beobachtet.

Bei eventuellem Quarzglasbruch wird der durch die austretenden As-Dämpfe sich bildende As_2O_3 -Staub hauptsächlich durch die Absaugvorrichtung (4) der inneren Sicherheitskapsel entfernt und in speziellen Feinfiltern aufgefangen oder er lagert sich an deren wassergekühlten Wänden (3) ab. Staubreste, die von der ersten Schutzvorrichtung nicht abgefangen wurden, werden von der Absaugung (7) der zweiten Stufe abgesaugt oder lagern sich an deren kalten Wänden (6) ab. Damit wird eine weitere Verbreitung des As_2O_3 -Staubes über den Bereich der äußeren Sicherheitskapsel in den Versuchsraum vermieden.

Die Experimentatoren können im Steuerraum alle Heizungssysteme abschalten und die Abkühlphase überwachen.

Nachdem durch die As_2O_3 -Messung die Reinheit der Luft des Versuchsraums festgestellt wurde, kann der Versuchsraum in Schutzkleidung betreten werden und eine Inspektion der Apparatur durchgeführt werden.

In der folgenden Tabelle 3.5 werden eventuell auftretende Defekte der Apparaturkomponenten, die die Betriebssicherheit der Anlage beeinträchtigen könnten, sowie auch die dadurch entstehenden Auswirkungen und die jeweils zu ergreifenden Schutzmaßnahmen zusammengefaßt.

Kritische Folgen für die Anlagesicherheit können insbesondere durch einen Ausfall der HF-Heizung verursacht werden. Dadurch können Spritzer der GaAs-Schmelze, die beim schnellen Einfrieren der Schmelze unter Volumenvergrößerung entstehen, auf die Rezipientwand treffen und das Quarzglas zerstören. Aus diesem Grund muß die Funktionsfähigkeit des HF-Generators vor jedem Einsatz in Tests überprüft werden. Außerdem kann das Glasrohrstück oberhalb des Tiegels mit einem BN-Mantel bzw. mit Graphitfolie als Schutz vor GaAs-Spritzer beim schnellen Erstarren der Schmelze ausgekleidet werden.

3.4.9.2. Innere Sicherheitskapsel

Die innere Sicherheitskapsel, soll unmittelbar um den Rezipienten angeordnet sein, s. Abb. 3.17, um folgende Anforderungen zu erfüllen:

- Sie schützt vor einer explosionsartigen Verbreitung des As_2O_3 -Staubes und vor Bruchstücken im Versuchsraum beim eventuellen Quarzglasbruch.
- Durch die angeschlossene, starke Absaugung wird die größte bzw. die gesamte Menge des sich bildenden As_2O_3 -Staubes abgesaugt. Staubreste lagern sich an den wassergekühlten Wänden ab. Dadurch wird das Abfangen der gesamten austretenden As-Menge in der unmittelbaren Rezipientnähe erreicht und eine weitere Verbreitung im Versuchsraum vermieden.

Fehler	Auswirkungen	Schutzmaßnahmen
1. Stromausfall	Teile der Schmelze können beim schnellen Erstarren unter Volumenvergrößerung gegen das Quarzglas spritzen und das Glas zerstören; gasförmiges As_2 , As_4 (ca. 40 g) kann austreten und staubförmiges As_2O_3 bilden.	Notstrom betreibt Absaugvorrichtung, die unmittelbar auf die Schmelze gerichtet ist und den größten Teil des entstehenden As_2O_3 -Staubs absaugt. Staubreste werden von der Absaugung im hinteren Teil des Innenraumes entfernt oder lagern sich an den wassergekühlten Wänden in unmittelbarer Umgebung des Züchtungsrohres ab. Die starke Luftströmung an allen Schlitzen des Innenraumes verhindert Verbreitung von As_2O_3 -Staub in den Schutzraum, der den Innenraum umgibt.
2. Kühlwasserausfall	a) Generator schaltet ab; Auswirkungen wie unter 1. b) Domheizung gibt zuviel Wärme nach außen an die Sensoren des Magnetlagers ab; Elektronik arbeitet ungenau, Versuch wird beendet. Keine zusätzliche Gefahrenquelle.	
3. Absaugvorrichtung fällt aus	Im Normalbetrieb keine negativen Auswirkungen. Im Störfall keine Absaugung der eventuell austretenden As-Gase bzw. -Verbindungen durch stationäre Absaugung möglich.	Mobile Absaugvorrichtung wird in Betrieb genommen, um die evtl. laufende Kristallzucht in geordneter Weise beenden zu können.
4. Domheizung fällt aus	As_2 , As_4 kondensiert an der Glaswand; Rotor würde eingeklemmt.	Temperaturschreiber gibt Alarmsignal; Rotorbewegung wird gestoppt, Versuch beendet.
5. HF-Heizung fällt aus	wie unter 1.	
6. As-Ofen fällt aus	Gleichgewichtsdampfdruck kann nicht aufrechterhalten werden. Gefahr der As-Blasenbildung in der Schmelze, die zum Herausspritzen von heißer Schmelze führen kann. Folgen wie unter 1.	Klappbarer Ersatzofen wird installiert. Bei Glasbruch wie unter 1.
7. Glasbruch	wie unter 1.	wie unter 1.

Tabelle 3.5: Zusammenfassung der evtl. auftretenden Defekte der Apparaturkomponenten, deren Auswirkungen und die jeweils zu ergreifenden Schutzmaßnahmen.

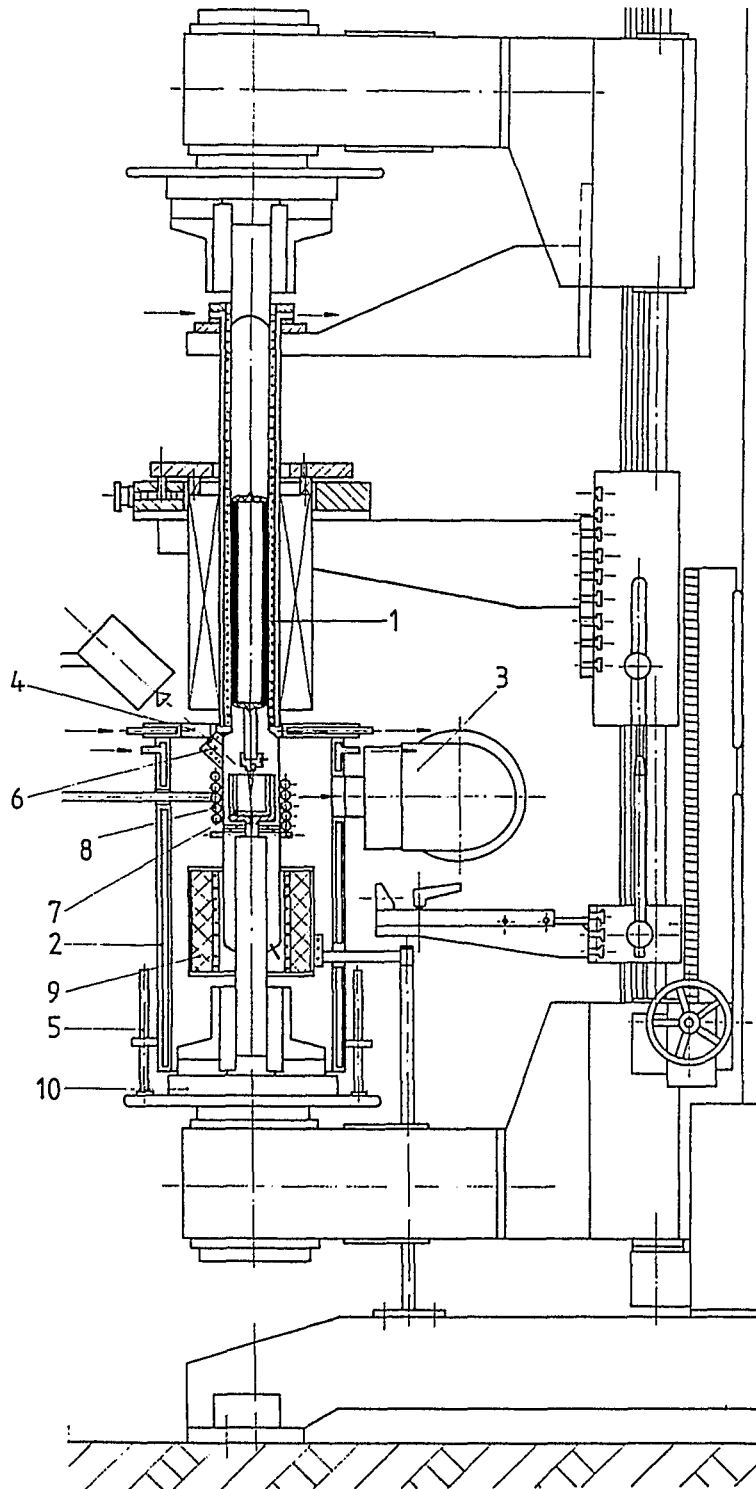


Abb. 3.17: Innere Sicherheitskapsel.

1. Heiz- und Kühlsystem des Domes, 2. wassergekühlte Sicherheitskapsel, 3. Absauganschluß, 4. Öffnung zur Kamera, 5. Höhenverstellung, 6. beheiztes Sichtrohr, 7. Tiegel, 8. HF-Spule, 9. As-Ofen, 10. unteres Spannfutter

- Sie nimmt die gesamte vom Rezipient nach außen übertragene Wärme (Verlustwärme) auf. Dadurch wird eine Überhitzung des Stators und eine durch die Erwärmung des Veruchsraums über 25 °C bedingte Temperaturdrift der Regelungselemente der magnetischen Lagerung vermieden.

Im Bereich des Rezipient-Oberteils dient das solide, rohrförmige Heiz- und Kühlsystem des Domes (1), das das gesamte obere Quarzglas teil umschließt, gleichzeitig als Schutzvorrichtung.

Für das Rezipient-Unterteil wurde eine spezielle wassergekühlte Sicherheitskapsel (2) gebaut, die zusammen mit dem Heiz- und Kühlsystem des Domes (1), als obere Komponente, die innere Sicherheitskapsel bildet.

Die Sicherheitskapsel (2) besteht aus zwei gleichen Teilen (Halbschalen), die zusammen einen Hohlzylinder mit Deckel bilden, um ihre Montage und Demontage bei jedem Versuch zu ermöglichen.

Die Kapsel hat einen Durchmesser von 460 mm, damit der As-Ofen (9) mit einem Teil seiner Halterung von ihr umschlossen wird. Die Höhe des Hohlzylinders beträgt 650 mm, damit das gesamte Rezipient-Unterteil vom Ende des Heiz- und Kühlsystems des Domes bis zum unteren Einspannbereich des Rezipienten abgedeckt wird. Die Kapsel wird auf markierte Stellen des unteren Spannfutters (10) der vertikalen Glasdrehmaschine, die eine zentrische Lage bestimmen, aufgesetzt. Sie stützt sich auf vier verstellbare Beine ab. Dadurch kann die gesamte Höhe des Bauteils um 150 mm variiert werden, so daß die Kapsel bei eventuellen kleinen Änderungen in der Höhe des Rezipienten neu positioniert werden kann.

Die zwei Halbschalen des hohlzylindrischen Mantels bestehen aus rundgewalzten Edelstahl-Blechen (1.4541) von 2 mm Dicke. An den Längskanten der beiden Halbschalen werden Flachstähle mit durchgehenden Bohrungen geschweißt, um das Zusammenschrauben der beiden Teile zu ermöglichen.

In der Mitte einer Halbschale ist eine Öffnung mit einem Durchmesser von 100 mm in Höhe des Tiegels ausgearbeitet, an der der Anschlußstutzen (3) für das flexible Rohr der Absaugung, Durchmesser 250 mm, angeschweißt wird.

Der Deckel besteht auch aus zwei gleichen Edelstahl-Blechteilen (1.4541) von einer Dicke von 2 mm, die zusammen einen Ring mit einem äußeren Durchmesser von 466 mm und einem inneren Durchmesser von 136 mm bilden. Der innere Durchmesser des Deckels erlaubt die Montage der Kapsel im Bereich sowohl des Rezipient-Oberteils, Durchmesser 90 mm, wie auch des Rezipient-Unterteils, Durchmesser 130 mm. Die beiden Deckelteile werden auf den vorher zusammengeschraubten, hohlzylindrischen Mantel aufgesetzt und durch Schrauben miteinander verbunden. An der äußeren Kante des Deckels werden vier nach unten gerichtete Laschen mit angehefteten Schraubenmutter geschweißt, die beim aufgesetzten Deckel einen kleinen Abstand von der äußeren

Mantelfläche haben. Durch einschraubbare Stellschrauben durch die Laschen, die gegen die äußere Wandung des hohlzylindrischen Mantels drücken, kann der Deckel auf den Hohlzylinder befestigt und gleichzeitig gegen den Rezipient zentriert werden.

Die gesamte Kapsel wurde aus Edelstahl-Blechen aufgrund der höheren Festigkeit und Temperaturbeständigkeit gebaut.

Die nach außen übertragene Wärme im Rezipient-Oberteil wird hauptsächlich durch die Kühlung des Domes aufgenommen.

Zur Aufnahme der Wärmeverluste des Rezipienten-Unterteils sowie zur Aufrechterhaltung der Raumtemperatur werden an der äußeren Fläche der Sicherheitskapsel (Hohlzylinder und Deckel) Kühlschleifen aus Kupferrohr angebracht. Das Kupferrohr hat einen Durchmesser von 10 mm und eine Wanddicke von 1 mm. Die gesamte Rohrlänge beträgt ca. 23 m.

Die Wärmeverluste des Rezipient-Unterteils wurden in Kap. 5 zu maximal $\dot{Q} = 13 \text{ KW}$ berechnet. Der erforderliche Wassermassenstrom zur Abfuhr dieser Wärmeverlustleistung ist

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{c \cdot \Delta T} = 0,31 \text{ Kg/s},$$

wobei c = spezifische Wärmekapazität des Wassers,
 $c = 4182 \text{ J/Kg} \cdot \text{K}$ (20°C),
 ΔT = maximal zulässige Erwärmung des Kühlwassers in den Kühlschleifen bei einer Einlauftemperatur von $T_E = 15^\circ \text{C}$,
 $\Delta T = 10 \text{ K}$.
sind.

Um die Druckverluste entlang der Rohrleitungen klein zu halten, werden die Kühlschleifen der inneren Sicherheitskapsel in zwei gleich lange Systeme mit separatem Ein- und Auslauf verteilt. Dadurch ergibt sich der Volumenstrom für jede Kühlschleife

$$\dot{V} = \frac{\dot{m}}{2} \cdot \rho = 0,31 \text{ lit/sec bzw. } 18,6 \text{ lit/min},$$

wobei ρ = Dichte des Wassers,
 $\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$
ist.

Die mittlere Wassergeschwindigkeit durch eine Kühlschleife ist

$$v_m = \frac{\dot{V}}{A} = 3,08 \text{ m/s.}$$

Dabei ist $A = 50,26 \text{ mm}^2$ der Querschnitt des eingesetzten Kühlrohres.

Die Reynolds-Zahl der Wasserströmung im Kühlrohr ist

$$Re = \frac{v_m \cdot d}{\nu} = 23245,$$

wobei d = innerer Durchmesser des Kühlrohres,
 $d = 0,008 \text{ m}$,
 ν = kinematische Viskosität von Wasser,
 $\nu = 1,006 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (20°C)

sind. Es handelt sich um turbulente Strömung. Für den Widerstandsbeiwert ξ von hydraulisch glatten Rohren (neue Kupferrohre) im Bereich $2320 < Re < 10^5$ gilt die Beziehung

$$\xi = 0,3164 Re^{-0,25}.$$

Daraus ergibt sich $\xi = 0,0256$.

Der Druckabfall entlang einer Kühlschleife ergibt sich aus

$$\Delta p = \xi \frac{l}{d} \frac{\rho v_m^2}{2},$$

wobei ξ = Widerstandsbeiwert der Rohrströmung,
 $\xi = 0,0256$,
 l = Rohrlänge eines Kühlschleifen-Systems,
 $l = 11,5 \text{ m}$,
 ρ = Wasserdichte,
 $\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$,
 v_m = mittlere Wassergeschwindigkeit,
 $v_m = 3,08 \text{ m/s}$,
 d = Innendurchmesser des Kühlrohres,
 $d = 0,008 \text{ m}$

sind. Daraus ergibt sich $\Delta p = 1,75 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ bzw. $1,75 \text{ bar}$.

Dafür ist der normale Wasserleitungsdruck ausreichend. Weitere Maßnahmen zur Förderung des Kühlwassers sind nicht erforderlich.

3.4.9.3. Äußere Sicherheitskapsel

Die äußere Sicherheitskapsel dient als zusätzliche Schutzmaßnahme beim eventuellen Quarzglasbruch und als Wärmesenke zur Aufrechterhaltung der Raumtemperatur im Versuchsraum.

Sie schließt die gesamte Glasdrehmaschine mit der angebauten Apparatur und der inneren Sicherheitskapsel ein, s. Abb. 3.2 und Abb. 3.16. Die Kapsel wurde so ausgelegt, daß die Räume innerhalb und außerhalb der Kapsel zugänglich für den Versuchsein- und Ausbau sowie auch für eventuell anfallende Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten bleiben.

Der zu kapselnde Raum hat eine Grundquerschnittsfläche von ca. $2\text{ m} \times 3\text{ m}$. Seine Höhe bis zur Raumdecke beträgt 3,47 m.

Um eine ausreichende Zugänglichkeit im Innenraum, insbesondere für Wartungsarbeiten an der Drehmaschine zu gewährleisten, besteht die Kapsel aus vier teilbaren Segmenten, s. das in der Abb. 3.18 dargestellte Grundgestell der Kapsel. Die Wände der einzelnen Segmente werden auf Stützrollen gelagert, zwei bei den kleinen und drei bei den großen Wänden, um das Auseinander- bzw. Zusammenfahren der teilbaren Segmente zu vereinfachen. Die Stützrollen mit einer Bauhöhe von 122 mm werden seitlich an die äußeren Wandseiten angebracht. Sie können maximal 150 Kg tragen, wobei die bei der zusammengebauten Kapsel maximal belastete Rolle 105 Kg aufnimmt. Der sichere Stand der einzelnen Wände auf den Stützrollen wird durch angeschweißte Schrägstege an die äußeren Wandseiten unterstützt.

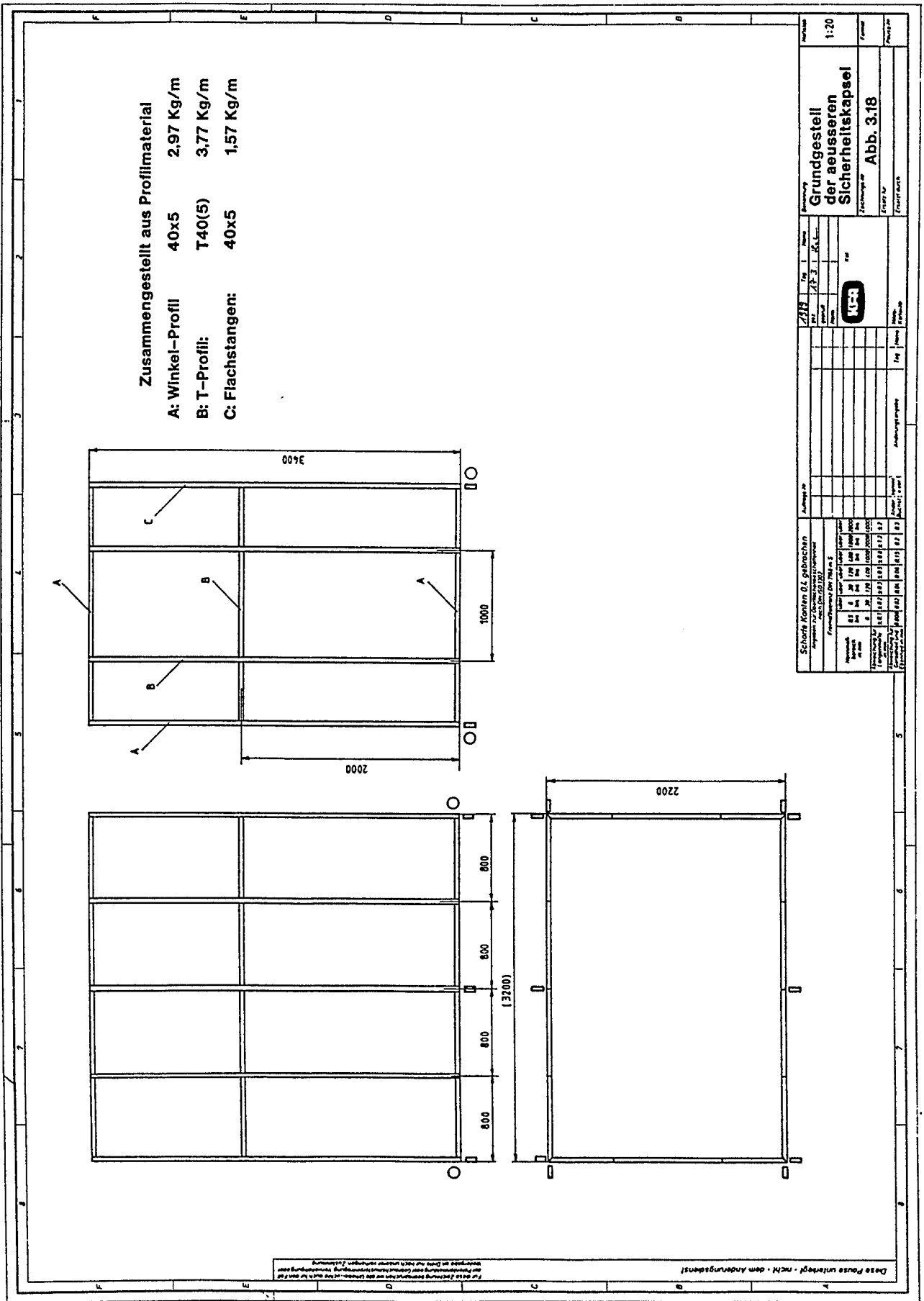
Um die Kapsel in die geschlossene Lage vor dem Versuchsbeginn zu bringen, werden die vier Segmente zusammengesetzt. Die in die vier Ecken der Kapsel zusammengestellten Schlußpfeiler der Wände werden zusätzlich durch einfach lösbare Schraubenverbindungen zusammengehalten.

Die vordere Wand wird mit einer Tür versehen, die das Betreten des Innenraums bei zusammengesetzter Kapsel ermöglicht.

An die hintere Wand wird ein Stutzen zum Anschluß des flexiblen Absaugrohres, Durchmesser 250 mm, angebracht.

Um die durch die Absaugung erzwungene, starke Luftzirkulation im Innenraum zu ermöglichen, wird zwischen den Wänden der Kapsel und dem Boden des Versuchsraums ein Spalt von 50 mm freigelassen.

Das Grundgestell der Kapsel, s. Abb. 3.18, setzt sich aus verschiedenen Profilmaterialien zusammen, die in Fachwerkbauweise miteinander verbunden werden. Damit



das Anbringen der die Außenwände bildenden Bleche an das Grundgestell einfach und dicht ausgeführt werden kann, werden die verwendeten Flachstangen, T- und Winkelprofile zu einer glatten Außenseite miteinander verbunden. Nach außen liegen jeweils die breiten Stegflächen der Materialien, die alle gleiche Dicke haben. Die Verbindungen der verschiedenen Materialien werden aufgrund des geringeren Aufwandes als Schweißknoten ausgeführt.

Die Konstruktion weist für die zu tragende Last eine ausreichende Sicherheit auf. Das gesamte Gewicht der Kapsel einschließlich Blechwand und wassergefüllten Kühlschleifen, das durch die vier Wandgestelle getragen wird, beträgt 520 Kg (A. Hahn 1989).

Als Außenwand werden 1,5 mm dicke Bleche auf die Stegflächen des Grundgestells geschraubt. Die Bleche sind aufgrund des Gewichtes aus AlMg₃ (3.3535.08). Stahlbleche der gleichen Dicke, die für die Stabilität der Wände erforderlich ist, hätten das Gestell der Wände wegen des größeren Gewichtes unzulässig belastet. Außerdem wird die äußere Sicherheitskapsel nicht wie die innere thermisch beansprucht, ihre Wandtemperatur wird bei Raumtemperatur liegen.

Zur Kühlung der Bleche werden von außen Kühlschleifen aus Kupferrohr aufgesetzt. Zur effektiven Bedeckung der äußeren Fläche der Kapsel ist eine gesamte Rohrlänge von ca. 210 m erforderlich.

Um die Druckverluste entlang der Rohrleitungen klein zu halten, werden die Kühlschleifen in jeder Wand in drei Systeme mit separatem Ein- und Auslauf verteilt.

Bei der Auslegung der Kühlschleifen wurde nachfolgende Berechnung berücksichtigt.

Es wurde ein Wasservolumenstrom von 10 lit/min bzw. 0,166 lit/sec für jede Kühlschleife angenommen. Beim Einlauf in jeder Kühlschleife hat das Wasser eine Temperatur von 15 °C. Die aufgenommene Wärmeleistung pro Kühlschleife errechnet sich bei einer angenommenen Erwärmung des Kühlwassers von $\Delta T = 5$ K aus

$$\dot{Q} = \dot{m} \cdot c \cdot \Delta T,$$

mit $\dot{m} = \rho \cdot \dot{V} = 0,166$ Kg/s ($\rho = 1000$ Kg/m³), $c = 4182$ J/Kg·K, spezifische Wärmekapazität von Wasser, zu $Q = 3471$ W. Die von den zwölf Kühlschleifen aufgenommene Wärmeleistung beträgt dann $\dot{Q}_{\text{Auf, ges}} = 41653$ W.

Die mittlere Wassergeschwindigkeit durch das Cu-Rohr mit einem Durchmesser von 12 mm, einer Wanddicke 1 mm und einem Querschnitt von 78,54 mm² beträgt

$$v_m = \frac{\dot{V}}{A} = 2,11 \text{ m/s.}$$

Der Druckabfall entlang einer Kühlschleife ergibt sich aus

$$\Delta p = \xi \frac{l}{d} \frac{\rho v_m^2}{2},$$

wobei ξ = Widerstandsbeiwert der Rohrströmung,
 l = mittlere Rohrlänge pro Kühlschleife,
 l = 17,5 mm,
 ρ = Wasserdichte,
 ρ = 1000 Kg/m³,
 v_m = mittlere Wassergeschwindigkeit,
 v_m = 2,11 m/s,
 d = Innendurchmesser des Rohres,
 d = 0,01 m

sind.

Zur Bestimmung des Widerstandsbeiwertes ξ braucht man die Reynolds-Zahl. Sie errechnet sich aus der Beziehung

$$Re = \frac{v_m \cdot d}{\nu},$$

mit ν = kinematische Viskosität von Wasser, $\nu = 1,006 \cdot 10^{-6} \frac{m^2}{s}$ (20 °C) zu $Re = 20974$. Es handelt sich demnach um turbulente Strömung.

Für den Widerstandsbeiwert von hydraulisch glatten Rohren (neue Kupferrohre) im Bereich $2320 < Re < 10^5$ gilt die Beziehung:

$$\xi = 0,3164 Re^{-0,25}.$$

Daraus ergibt sich $\xi = 0,026$.

Aus der oben angegebenen Formel ergibt sich ein Druckabfall von $\Delta p = 101285$ Pa bzw. 1,01 bar, bei einem Wasservolumenstrom von 10 lit/min pro Kühlschleife. Dafür ist der normale Wasserleitungsdruck ausreichend. Weitere Maßnahmen zur Förderung des Kühlwassers sind nicht erforderlich.

3.5. Ein- und Ausbau der Anlage

Bei jeder Kristallzüchtung wird die Apparatur mit einer neuen Charge von Galliumarsenid und reinem Arsen beladen. Um diese Beladung und die Entladung der Apparatur

nach der Beendigung des Zuchtprozesses zu ermöglichen, muß eine Reihe von Komponenten der Anlage vor jedem Versuch montiert und nach ihm demontiert werden. Der Rezipient aus Quarzglas muß jedesmal zusammengeschmolzen bzw. aufgetrennt werden.

Um eine hohe Betriebssicherheit der Anlage zu gewährleisten, wird dieser Ein- und Ausbau unter Berücksichtigung aller erforderlichen sicherheitstechnischen Aspekte durchgeführt.

Eine wichtige Voraussetzung zur Herstellung von reinem Material hoher Perfektion ist die hohe Reinheit des Kristallzuchtraums. Aus diesem Grund werden alle dazugehörigen Komponenten, wie die inneren Rezipientwände, die Ziehwellen, der pBN- und der Graphittiegel vor jedem Einsatz chemisch gereinigt. Vor dem endgültigen Abschmelzen der Apparatur wird der Kristallzuchtraum mehrmals mit Inertgas gespült und anschließend evakuiert ($p \approx 10^{-5}$ Torr).

Im folgenden werden die verschiedenen Schritte zum Einbau und zur Vorbereitung der Anlage bis zum Versuchsbeginn, sowie die nach der Beendigung des Kristallzuchtprozesses ablaufenden Tätigkeiten zum Ausbau der Anlage und zur Entfernung des Kristalls der Reihe nach beschrieben. Dieser Prozeß kann im Hinblick auf einen optimalen Betrieb der Anlage aufgrund der Erfahrungen bei durchgeführten Versuchen verbessert und teilweise automatisiert werden.

- Die vorher gereinigten und getemperten Rezipientteile werden in den Spannfuttern der vertikalen Glasdrehmaschine eingespannt. Das Rezipient-Oberteil wird dabei durch den Stator der magnetischen Lagerung durchgeführt. Der Stator bleibt immer an der Trägervorrichtung fest installiert. Es wird die zentrische Lage der beiden Rezipientteile überprüft. Die Mittelachsen beider Teile müssen übereinstimmen. Dazu werden die Teile in Drehung versetzt, wobei eine eventuell vorhandene Exzentrizität leichter festzustellen ist. Es wird darauf geachtet, daß die beiden Flächen, die die Verbindungsstelle beider Rezipientteile bilden, planparallel senkrecht zur Achse geschliffen werden. Außerdem müssen die beiden Flächen in der aufeinanderliegenden Anordnung übereinstimmen. Kleine Abweichungen aus der zentrischen Lage können durch Unterlegen von dünnen Graphitscheiben im Einspannbereich der Quarzglas-teile korrigiert werden.
- Der Stator wird gegen die Wandung des zentrierten Rezipient-Oberteils justiert. Dazu werden die zwei Justiermechanismen der Trägervorrichtung der magnetischen Lagerung verwendet. Die Verstellung des Neigungswinkels der Mittelachse des Stators zur Mittelachse des Rezipienten erfolgt durch eine höhenverstellbare Dreipunktauflage der Trägerplatte. Während eine Verschiebung des Stators in der horizontalen Ebene in x-y-Richtung durch Kombination der Halte- und Justierplatte mit den Auflageplatten links und rechts bewirkt wird.
- Der in der Quarzglasschutzhülle eingeschmolzene Rotor wird in das Rezipient-Ober-teil eingeschoben und durch den Stator in der zentrischen Lage magnetisch gelagert.

Damit der Rotor beim Einschieben aufgrund der schlagartig greifenden, magnetischen Kräfte der Permanentmagneten des Stators nicht gegen die Wand des Rezipienten schlägt, wird er durch eine Halterung in der zentrischen Lage geführt und vor Schlag geschützt. Dazu wird der Rezipient-Unterteil nach der Markierung seiner zentrischen Lage aus dem unteren Spannfutter entfernt. Der Rotor wird auf eine Halterung aufgesetzt, die in dem unteren Spannfutter der vertikalen Glasdrehmaschine eingespannt wird. Die Schutzhülle des Rotors wird mit einer Kunststoffolie umwickelt. Durch langsames Auffahren des unteren Arbeitskopfes mittels des Handradantriebes wird der Rotor in das Rezipient-Oberteil eingeschoben, bis er durch den Stator vollkommen gelagert wird. Der untere Arbeitskopf wird zu seiner Anfangsstelle abgefahren und die Schutzfolie entfernt. Durch die Radialstabilisierungselektromagneten wird der Rotor in seiner zentrischen Sollage feinjustiert. Der Rotor wird in Drehbewegung versetzt.

- Die Impfkristallhalterung wird am unteren Ansatzstück der Ziehwellen montiert. Der Impfkristall wird an der Halterung befestigt.
- Die Apparatur wird zum Zusammenschmelzen des Rezipienten vorbereitet. Das Rezipient-Unterteil wird in der markierten, zentrischen Lage in dem unteren Spannfutter eingespannt. Graphit- bzw. pBN-Tiegel mit ca. 2 Kg GaAs wird in das Rezipient-Unterteil eingesetzt. Die HF-Spule wird um das Anschlußrohrstück des Rezipient-Oberteils geführt und in einer Sicherheitsentfernung über die Verbindungsstelle der Rezipientteile an einer Halterung an der Drehmaschine befestigt. Damit wird sie vor der Brennerflamme beim Zusammenschmelzen des Rezipienten geschützt. Das Rezipient-Unterteil wird nach oben gefahren, bis sich die Anschlußflächen der Rezipientteile bis auf einen Abstand von 0,5 – 1 mm nähern. Dabei erreicht der Tiegel seine Endposition, nachdem er durch das Anschlußrohrstück des Rezipient-Oberteils durchgeführt wird. Vor dem Einsetzen des Tiegels wird ein Stapel aus ringförmig geschnittenen Graphitfolien auf den Deckel der Glassäule des Rezipient-Unterteils aufgesetzt, die als Abschirmung zur Entkopplung der As-Quelle von der durch den Tiegel abgestrahlten Wärme dient.
- Der Stator wird durch den im Eilgang fahrenden Hauptsupport auf seine höchste Position etwa 50 mm unterhalb der Halterung der Domheizung aufgefahren. Dadurch wird er in maximale Entfernung von der beim Zusammenschmelzen wärmestrahlenden Brennerflamme gebracht, die eine Überhitzung des Stators verursachen kann. Zum Wärmeschutz des Stators wird eine teilbare Wärmeabschirmung direkt unter dem Stator eingebaut. Die Abschirmung besteht aus mehreren Lagen von Isolationsmatten, gesamte Dicke ca. 200 mm. Haltevorrichtung und Isolationsmatten sind ringförmig, Außendurchmesser 500 mm, Innendurchmesser 120 mm. Der innere Durchmesser der Abschirmung erlaubt die einwandfreie Durchführung des Rezipient-Oberteils. Die Haltevorrichtung ist teilbar, um die Montage zu ermöglichen. Sie besteht aus einem Hohlzylinder mit Boden aus Edelstahl-Blech. Außerdem wird in dem Ringspalt zwischen Stator und Rezipient-Oberteil eine dreilagige Röhre aus Isolationsfolie zum Wärmeschutz der inneren Fläche des Stators eingebracht.

- Der vorher montierte Ringbrenner wird direkt an der Verbindungsstelle des Rezipienten positioniert. Dazu dienen die zwei verstellbaren Bewegungsmöglichkeiten der Ringbrennerhalterung, der fahrbare kleinere Maschinensupport und die Gleitführung. Da beim Einstellen des Brenngasgemisches kurz vor dem Zünden des Brenners Wasserstoff durch den kleinen Spalt an der Verbindungsstelle in den Rezipient einströmt, das bei Zünden des Brenners durch Bildung von Knallgas im Rezipient explodieren kann, wird um die Verbindungsstelle eine Graphitfolie als Sperre umgewickelt. Diese Graphitfolie wird nach dem Zünden des Brenners entfernt.
- Unter Drehung der beiden Quarzglasteile mit einer Geschwindigkeit von 50 U/min wird der Rezipient zusammengeschmolzen. Dabei wird durch die zwei seitlichen rohrförmigen Ansätze des Rezipientunterteils Stickstoff zum Druckausgleich in den Rezipient eingeleitet. Der Druckausgleich ist zur Beibehaltung der Form des Glases im Schmelzbereich erforderlich. Der Ringbrenner wird nach dem Zusammenschmelzen demontiert.
- Montage des Heiz- und Kühlsystems des Rezipient-Oberteils (Dom). Dabei wird das obere Spannfutter geöffnet. Der gesamte Rezipient wird nur am unteren Spannfutter eingespannt. Das System wird von der Versuchsraumdecke aus durch das obere Spannfutter und den Ringspalt zwischen Stator und Wand des Rezipient-Oberteils durchgeführt, bis das untere Ende des Systems die Übergangsstelle des Rezipienten erreicht. Das System wird an der Halterung befestigt. Durch die Dreipunktlagerung des Systems an der Halterung kann es zusätzlich im Ringspalt zentriert werden. Nach der Beendigung der Montage wird der Rezipient auch im oberen Spannfutter eingespannt. Heizung und Kühlung werden angeschlossen.
- Durch die seitlichen Ansätze des Rezipienten wird das reine Arsen (40 g) in die As-Quelle eingefüllt.
- An den seitlichen Ansätzen wird die Evakuierungseinrichtung angeschlossen. Nach mehrmaligem Spülen mit Inertgas wird bis $p \approx 10^{-5}$ Torr evakuiert, so daß die im Rezipienten vorhandenen Verunreinigungen und insbesondere das beim Zusammenschmelzen des Rezipienten durch die Verbrennung des H_2/O_2 -Gasgemisches gebildete Wasser entfernt werden. Anschließend wird der Rezipient unter Vakuum an den Ansätzen zugeschmolzen.
- Der zweiteilige As-Ofen wird in der Höhe der As-Quelle zusammengesetzt und gegen den Rezipient zentriert. Die Sichtheizung wird auf das Sichtrohr gesetzt. Anschließend werden beide Heizsysteme angeschlossen. Thermoelemente und Pyrometer für den Tiegel und die As-Quelle werden installiert.
- Innere Sicherheitskapsel wird zusammengesetzt. Kühlung und Absaugung werden angeschlossen. Alle Wasseranschlüsse im Versuchsraum werden auf Dichtheit und festen Sitz überprüft.
- Äußere Sicherheitskapsel wird zusammengesetzt. Die Schutzhaube wird auf die Raumdecke aufgesetzt. Die HF-Spule wird an den Sender angeschlossen, wobei der Sender durch seine Justiereinrichtung in Tiegelhöhe gebracht und zentriert wird.

- Alle Stromversorgungen sowie auch Meß- und Steuereinheiten werden im Nebenraum überprüft.
- Die Absaugvorrichtung und der automatische As_2O_3 -Dosimeter werden eingeschaltet. Die vordere Tür der äußeren Sicherheitskapsel sowie die Türen des Versuchsraums werden geschlossen.
- Die Experimentatoren können im Steuerraum den Versuch starten.

Nach Beendigung des Kristallzuchtprozesses und Abkühlen der Apparatur auf Raumtemperatur kann der Ausbau der Anlage anfangen.

- Alle Heiz- und Kühlkreise sowie die Absaugvorrichtung müssen ausgeschaltet sein.
- Die HF-Spule wird vom Sender abgekoppelt. Die vordere Wand der Sicherheitskapsel wird außerhalb des Versuchsraums gebracht, um die Zugänglichkeit des Raums zu erleichtern. Die Schutzhaube wird von der Raumdecke entfernt. Die innere Sicherheitskapsel, die Sicheheizung und der As-Ofen werden demontiert. Pyrometer und Thermoelemente werden entfernt.
- Die Glassäge wird in ihrer Halterung installiert. Der Rezipient wird an der alten Verbindungsstelle wieder in zwei Teile aufgetrennt.
- Das Rezipient-Unterteil wird mittels des fahrbaren unteren Arbeitskopfes der Glasdrehmaschine nach unten gefahren, bis der gesamte Tiegel außerhalb des Rezipient-Oberteils liegt. Rezipient-Unterteil und Tiegel werden entfernt.
- Nach Beendigung des Wachstumsprozesses wurde der Kristall in eine Position ca. 10 cm über den Tiegel gebracht. Der Stator und damit die an ihm angekoppelte Ziehwellen wird durch den fahrbaren Hauptsupport nach unten gefahren bis der Kristall unterhalb der Trennung des Rezipienten liegt. Der Impfkristall wird aus der Impfkristallhalterung gelöst und der Kristall wird entnommen.
- Bei stillstehendem Rotor wird die Impfkristallhalterung aus dem Ansatzstück der Rotorschutzhülle demontiert. Die Schutzfolie wird in den Ringspalt zwischen Rotor und Rezipientwand eingeschoben. Der Rotor wird vom Rezipient-Oberteil entnommen.
- Das obere Spannfutter wird geöffnet. Das Heiz- und Kühlsystem des Domes wird nach oben und das Rezipient-Oberteil nach unten entfernt.

3.6. Erprobung der erstellten HWC-Quarzglasapparatur in Kristallzuchtversuchen

Vor der Inbetriebnahme der Anlage wurde die Funktionsfähigkeit aller Komponenten in Einzeltests festgestellt. Die gesamte Anlage wurde aus Sicherheitsgründen in zwei Schritten getestet:

- LEC-Versuch,
- HWC-Versuch.

3.6.1. LEC-Versuch

3.6.1.1. Versuchsdurchführung

Im ersten Schritt wurde ein Kristallzuchtversuch nach dem LEC-Verfahren mit einer B_2O_3 -Abdeckung und Schutzgas ohne As-Atmosphäre durchgeführt. Der Einbau der Anlage, außer des As-Ofens, wurde nach dem im Kap. 3.5. beschriebenen Ablauf durchgeführt. Dazu wurden 1,6 Kg vorsynthetisiertes GaAs der Fa. Wacker zusammen mit 118 g B_2O_3 der Fa. Yamanaka in den pBN-Tiegel eingebracht. Als Impfling wurde ein $6 \times 6 \times 100$ mm GaAs-Einkristall mit $\langle 100 \rangle$ -Orientierung an der Ziehwele befestigt und mit 15 U/min gedreht.

Im unteren Bereich des Rezipienten war ein Flansch angesetzt worden, über den der Rezipient mit Schutzgas ($Ar_{25.7}$) dreimal gespült wurde. Abschließend wurde ein Schutzgasdruck von $p = 1,7$ bar bei Raumtemperatur eingestellt.

Um die temperaturempfindliche Elektronik der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung und die Flanschverbindung vor dem Wärmeeinfluß des Tiegels zu schützen, wurde sowohl die Kühlung des Dom-Bereiches als auch die wassergekühlte innere Sicherheitskapsel eingesetzt.

Die Sichteheizung wurde mit einer Leistung von 300 W (20 V / 15 A) betrieben. Der HF-Generator wurde eingeschaltet und die Leistung kontinuierlich (4 KW/h) hochgefahren. Bei einer Pyrometeranzeige für die Tiegeltemperatur von ca. $550^\circ C$ war das Boroxid ohne Blasenbildung geschmolzen. Bei einer HF-Klemmenleistung von 20 % bzw. 14,4 KW und eine Pyrometeranzeige für die Tiegeltemperatur von $1339^\circ C$ schmolz das GaAs. Der Druck im Rezipient betrug 2,4 bar.

Nachdem das GaAs vollständig geschmolzen war, wurde durch Absenken der Leistung der Haltepunkt, d.h. die Temperatur, bei der die Schmelze zu erstarren beginnt, ermittelt. Anschließend wurde die Temperatur des Tiegels um 7 K auf $1330^\circ C$ wieder erhöht. Der Impfling wurde eingetaucht und die Form des Meniskus über die Videokamera vom Steuerraum aus beobachtet. Durch Verunreinigungen der Boroxidschicht war die Sicht auf den Meniskus eingetrübt, was Aussagen über einkristallines Wachstum erschwerte. Eine Beurteilung der Kristallstruktur war daher erst nach dem Versuch möglich. Ebenso konnte die Durchmesserregulierung dadurch nur mit einer Zeitverzögerung von ca. 30 min. stattfinden. Nach diesem Zeitabschnitt überwand der gewachsene Kristall die B_2O_3 -Schicht.

Die Ziehgeschwindigkeit orientierte sich an Erfahrungen aus der LEC-Zucht und wurde auf 9 mm/h eingestellt.

3.6.1.2. Ergebnisse und Diskussion

Die in diesem Versuch eingesetzten Heiz- und Kühlsysteme arbeiteten einwandfrei. Die Temperatur der Stator-Elektronik konnte durch die kombinierten Kühlsysteme so kontrolliert werden, daß ein einwandfreier Betrieb der Vorrichtung möglich war.

Es wurde Material von 45 mm Länge und 30 mm Durchmesser hergestellt, s. Abb. 3.19. Das Material war vom Impfling an polykristallin. Der Grund dafür liegt darin, daß die B_2O_3 -Schicht keine vollkommene Sperre für Ga- bzw. As-Moleküle darstellt, und GaAs sich an kalten Stellen wie beispielsweise am Impfling niederschlagen kann. Dieses polykristalline GaAs kann dann die Quelle für unkontrollierte Nukleation des wachsenden Kristalls darstellen.

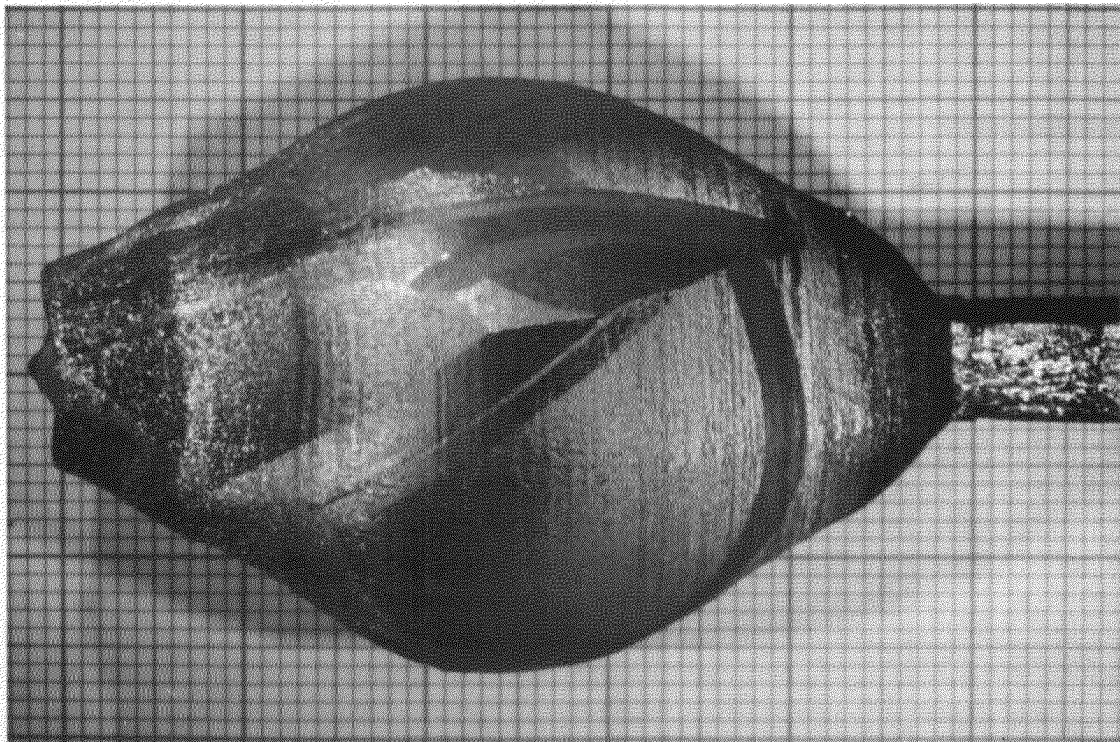


Abb. 3.19: Nach dem LEC-Verfahren hergestellter GaAs-Kristall mit Zwillingsbildung.

Dieser Mangel könnte durch die HWC-Betriebsbedingungen behoben werden, wenn die Apparatur unter As-Atmosphäre arbeitet, die Domheizung den Rezipient-Oberteil und damit auch den Impfling ausreichend aufheizt, um den Niederschlag von polykristallinem GaAs aus der Dampfphase zu vermeiden.

3.6.2. HWC-Versuch

3.6.2.1. Versuchsdurchführung

Im zweiten Schritt wurde die komplette Anlage einschließlich As-Ofen und Domheizung als Heiß-Wand-Czochralski-Anlage getestet. Bei diesem Versuch wurde der pBN-Tiegel mit 1,8 Kg vorsynthetisiertem GaAs der Fa. Wacker ohne B_2O_3 bestückt. In der As-Quelle wurden 100 g As (6N) deponiert. Um die As-Quelle thermisch vom Tiegel zu entkoppeln, wurden unterhalb des Tiegels drei Lagen Graphitfolie in den Rezipient eingebracht.

Wie beim LEC-Versuch wurde die Apparatur verschmolzen und über den Flansch dreimal mit Ar_2 (5.7) gespült. Nach dem letzten Evakuieren wurde jetzt auch der Flansch abgeschmolzen. Wie in Kap. 3.5. beschrieben, wurden dann die weiteren vorbereitenden Maßnahmen bis zur Aufheizphase getroffen.

Nach Inbetriebnahme der Kühlungen wurde zu Beginn der Aufheizphase die Domheizung mit einer Leistung von 2720 W (85 V / 32 A) gestartet. Die Temperaturverteilung verhielt sich wie beim Komponententest, vgl. Kap. 4., jedoch waren im stationären Betrieb die unteren Temperaturen durch die Strahlungswärme des Tiegels etwas höher, was zu einer stärkeren Angleichung an die Temperaturen im mittleren Bereich der Domheizung führte. Der maximale Temperaturunterschied zwischen dem mittleren und dem oberen Bereich des Domes betrug 130 K.

Die Sichteheizung wurde wie beim LEC-Versuch mit 300 W (20 V / 15 A) betrieben.

Beim Aufheizen des GaAs und des As ist anzustreben die Temperaturen so hochzufahren, daß entsprechend den Dampfdruckkurven die Partialdrücke von As im Gleichgewicht stehen. Da die Dampfdruckkurve von As genauer bekannt ist, wurde die Temperatur der As-Quelle etwas zurückgehalten, um sicherzustellen, daß der Dampfdruck durch die kälteste Stelle und damit durch die As-Quelle bestimmt wurde.

Bei einer HF-Leistung von 14 KW schmolz das GaAs. Nach Bestimmung des Haltepunktes wurde der $< 100 >$ -Impfling eingetaucht und die HF-Leistung so eingestellt, daß der Durchmesser des wachsenden Kristalls kleiner wurde. Diese Einschnürung dient dazu, Störungen und Defekte im Kristall zu eliminieren und die strukturelle Qualität des Kristalls zu verbessern. Die HF-Leistung wurde zu diesem Zweck auf 12,2 KW bei einer Tiegelpyrometeranzeige von 1307 °C eingestellt. Die Temperatur der As-Quelle betrug 653 °C, die Ziehgeschwindigkeit 10 mm/h. Nach 45 mm wurde die Geschwindigkeit erhöht und nach 67 mm der Kristall abgeschmolzen.

3.6.2.2. Ergebnisse und Diskussion

Auch in diesem Versuch arbeiteten alle Komponenten einwandfrei. Alle Heiz- und Kühlsysteme erfüllten die thermischen Anforderungen des HWC-Verfahrens. Lokale Erwärmungen traten auf der Wand der inneren Sicherheitskapsel zwischen den Kühlschleifen auf. Die magnetische Zieh- und Drehvorrichtung lief beim heißen Dom-Bereich einwandfrei.

Es wurde ein Kristall von 67 mm Länge und 11 mm Durchmesser hergestellt, s. Abb. 3.20. Eine Durchmesservergrößerung durch Absenken der HF-Leistung war nicht möglich, da damit gleichzeitig die Schmelze vom Rand her einfrohr. Offensichtlich waren die Wärmeverluste oberhalb der Schmelze aufgrund der weder beheizten und noch isolierten Rezipientwand in diesem Bereich zu groß. Die gute strukturelle Qualität des Kristalls belegt die Gammadiffraktometer-Messung von Abb. 3.21. Bis zur Erhöhung der Ziehgeschwindigkeit wurden vom Impfling aus alle 3,5 mm Messungen durchgeführt. Die Halbwertsbreite der Rockingkurven von $18'' - 20''$ bei einer Auflösung von $10''$ demonstriert die hohe strukturelle Perfektion des Kristalls.

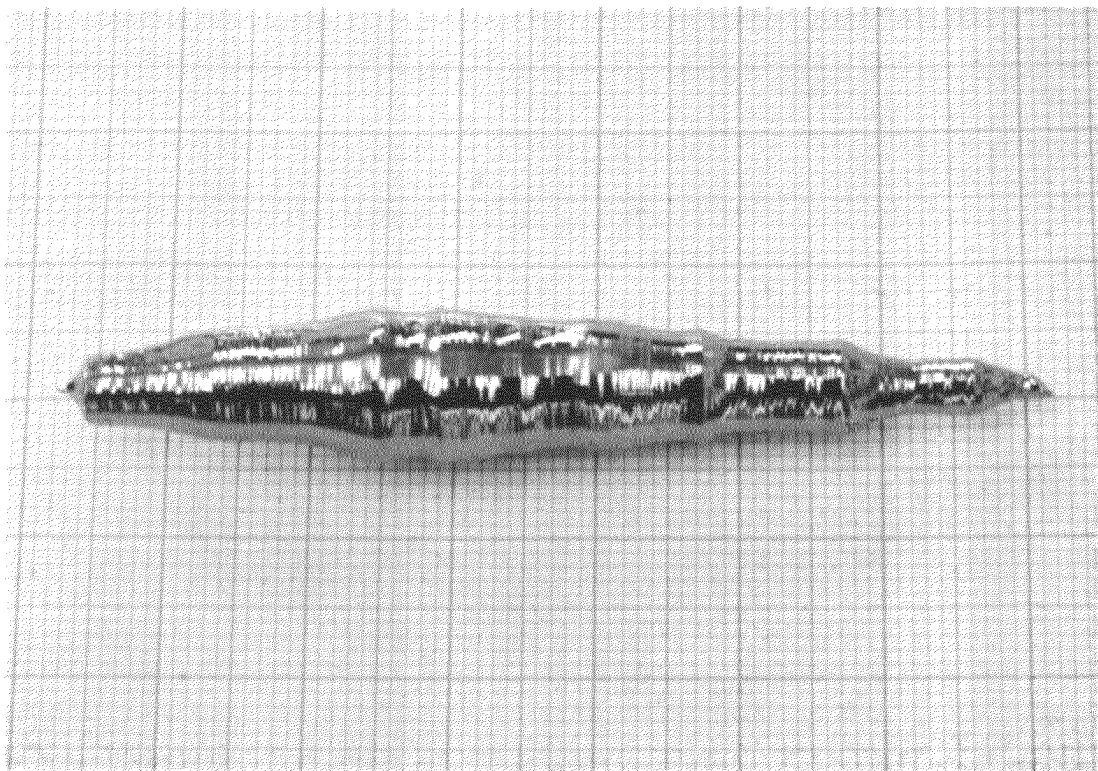


Abb. 3.20: Nach dem HWC-Verfahren hergestellter GaAs-Einkristall.

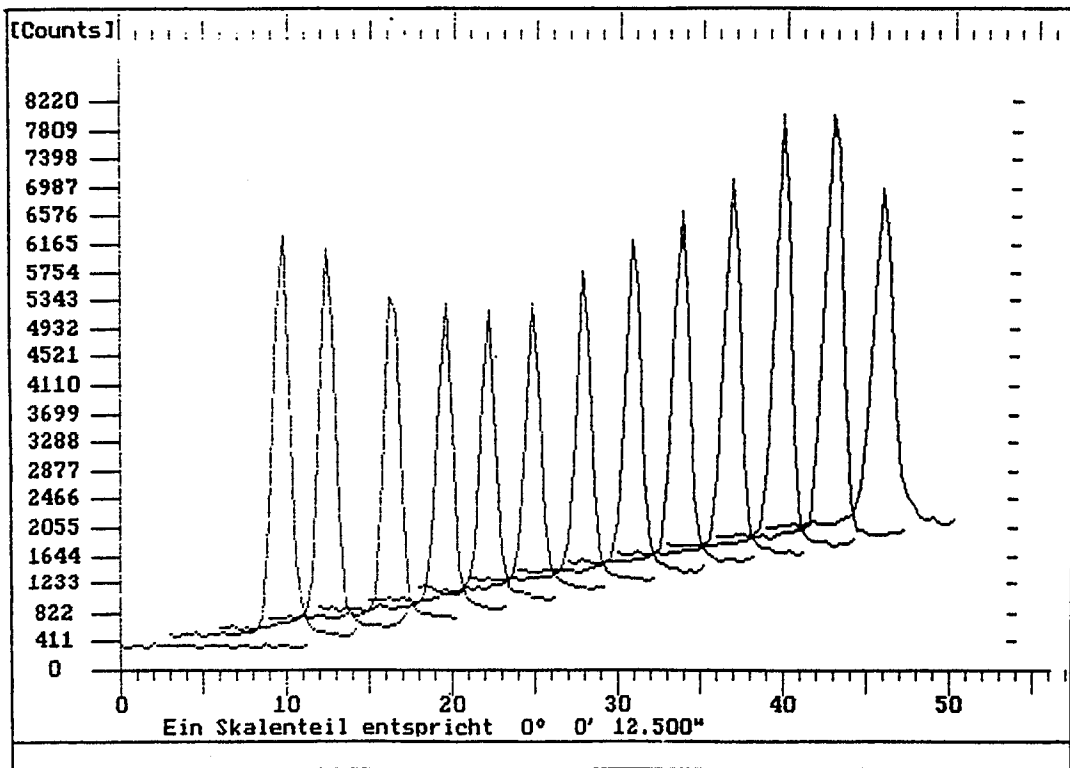


Abb. 3.21: Transmissions-Rockingkurven des HWC-Einkristalls.

4. Heiz- und Kühlsystem des Dom-Bereiches der HWC-Quarzglasapparatur

4.1. Problemstellung

Zur Aufrechterhaltung der Betriebsbedingungen im gesamten 1 m langen Dom-Bereich der HWC-Quarzglasapparatur – oberhalb der Rohr-Übergangsstelle des Rezipienten – in dem die magnetische Zieh- und Drehvorrichtung eingesetzt wird, war die Entwicklung eines Heiz- und Kühlsystems erforderlich. Dieses System sollte folgende Anforderungen erfüllen:

- Temperierung des gesamten Dom-Bereiches der Apparatur auf die HWC-Betriebstemperatur (700 °C) während des Kristallzuchtprozesses.
- Aufnehmen der gesamten nach außen übertragenen Wärme zum Schutz vor einer Überhitzung der Statorelemente und zum Vermeiden eines Temperaturdrifts der Regelungselemente der magnetischen Lagerung. Die Regelungselemente der magnetischen Lagerung wurden für den Bereich von 15 – 25 °C optimiert. Dies bedeutet, daß der Stator während des Betriebes innerhalb dieses Temperaturbereichs temperiert werden soll.
- Radialer Aufbau des gesamten Heiz- und Kühlsystems des Domes innerhalb eines 12 mm breiten Ringspalt. Dieser Ringspalt entsteht aus dem insgesamt 24 mm breiten Lagerspalt der magnetischen Lagerung wie folgt, s. Abb. 4.1:
 - Rotorschutzhülle und Lagerspiel der Ziehwellen und Rezipientwand: 8 mm.
 - Spalt zwischen Rezipientwand und Heizung: 1,5 mm.
 - Spalt zwischen Kühlung und Stator: 2,5 mm.

Die beiden letzten Spalte sind zur Durchführung des Systems in dem Ringspalt zwischen Rezipientwand und Stator erforderlich.

- Das Heiz- und Kühlsystem muß aus nicht magnetisierbaren Materialien gebaut werden, um eine Störung der über den Ringspalt wirkenden Magnetfelder zu vermeiden.

Der Bau eines einwandfrei funktionierenden Heiz- und Kühlsystems des Dom-Bereiches der Apparatur unter Erfüllung der gestellten Anforderungen ist von entscheidender Bedeutung für den optimalen Betrieb der HWC-Apparatur in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung.

4.2. Lösungskonzept

Die Erstellung eines Konzeptes zur Konstruktion eines Heiz- und Kühlsystems für den Dom wurde hauptsächlich durch den geringen verfügbaren Ringspalt von 12 mm

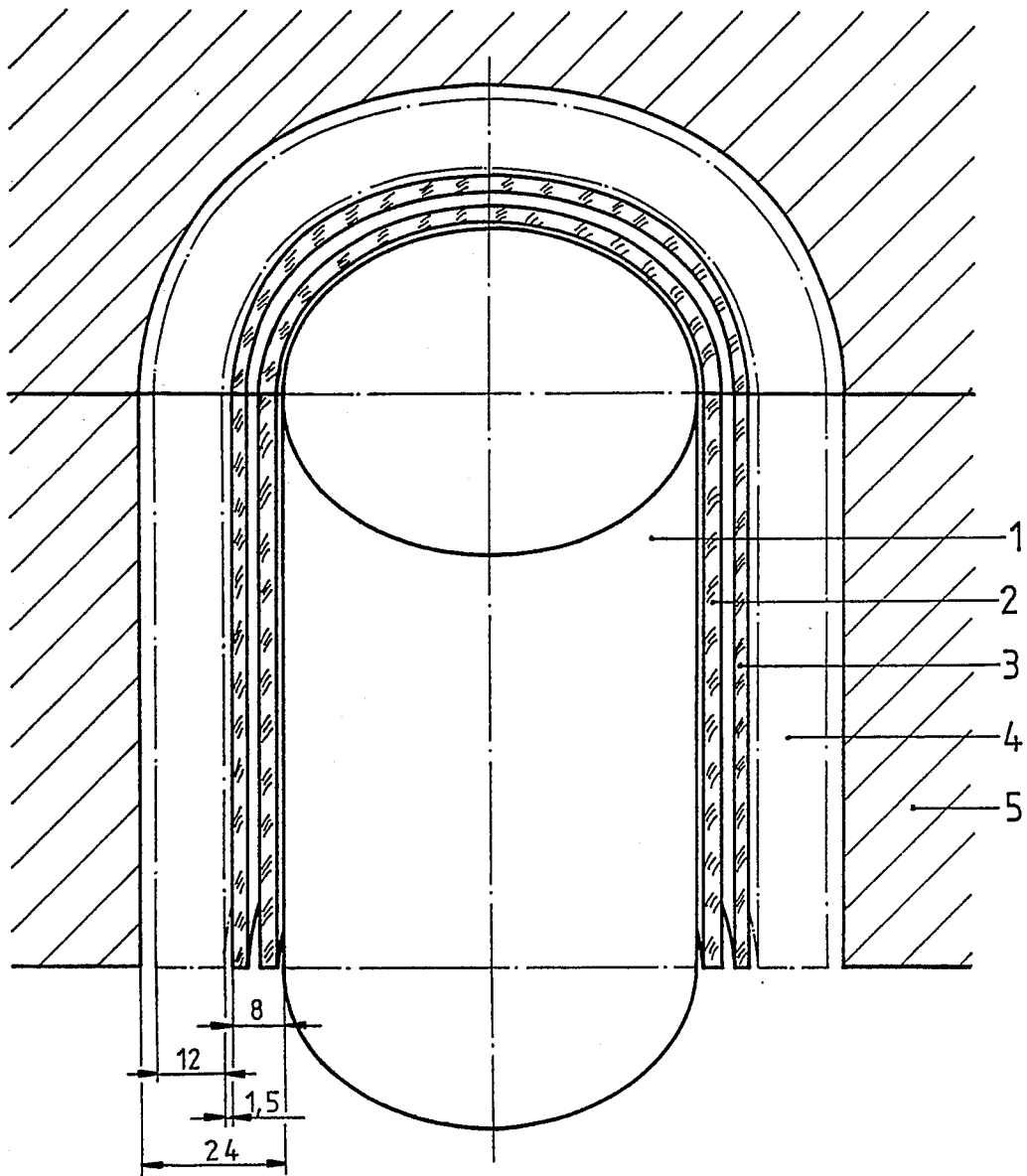


Abb. 4.1: Radiale Aufteilung des Lagerspalttes der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung.

1. Rotor, 2. Rotorschutzhülle, 3. Rezipient, 4. Ringspalt für das Heiz- und Kühlsystem, 5. Stator

erschwert. Auf eine mögliche Lösung durch die Verwendung eines isothermalisierten Wärmerohres (Heat-Pipe) mit äußerem Kühlmantel wurde aufgrund der hohen Kosten verzichtet. Außerdem entstanden aus den vorgeschlagenen Lösungen eine Reihe von weiteren technischen Problemen, die den Aufbau der konzipierten Apparatur verkomplizierten.

Im Rahmen der verfügbaren technischen und wirtschaftlichen Möglichkeiten wurde folgendes Konzept erstellt, das in Abb. 4.2 schematisch dargestellt wird.

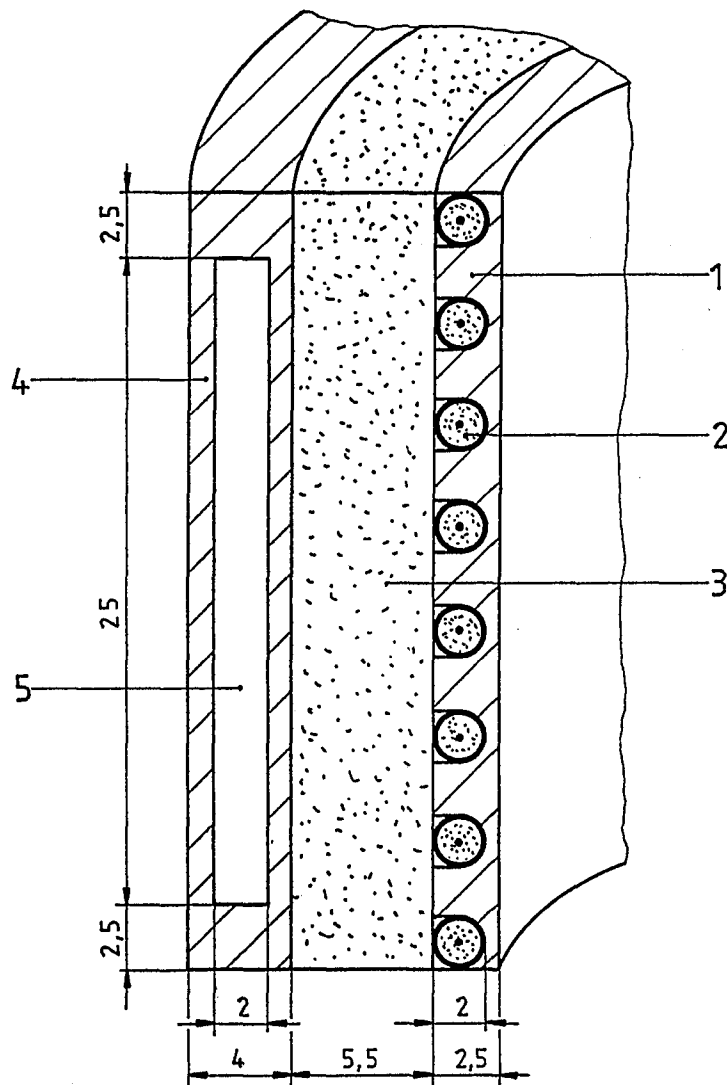


Abb. 4.2: Prinzip des erstellten Konzeptes.

1. Heizrohr, 2. Miniatur-Heizleiter, 3. Isolation, 4. Kühlrohr, 5. Kühlkanal

Das System besteht aus einem Widerstandsheizler, einer Isolationsschicht und einem wassergekühlten Außenmantel. Das Heizelement besteht aus einem Edelstahlrohr mit einem Außendurchmesser von 98 mm und einer Wanddicke von 2,5 mm, in dessen Mantelfläche Nuten angearbeitet werden. In den Nuten werden Miniatur-Heizleiter eingelötet. Die Heizleiter werden auf den Heizmantel bifilar angeordnet, so daß sich die bei ihnen aufgrund des durchfließenden Stromes erzeugten Magnetfelder gegenseitig aufheben. Damit sollen eventuelle Störungen der magnetischen Lagerung vermieden werden.

Zur Reduzierung des nach außen radial übertragenen Wärmestromes wird eine Hochtemperaturisolation aus einem $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Gemisch eingesetzt. Die Breite der Isolationsschicht von 5,5 mm ergibt sich nach der Aufteilung des gesamten verfügbaren Ringspaltes in die Anteile für das Heizrohr von 2,5 mm und die Kühlung von 4 mm.

Diese Lösung wurde einer möglichen Verwendung von Vakuum zusammen mit Strahlungsschirmen im Spalt zwischen Heizung und Kühlmantel zur Unterdrückung der Wärmeverluste vorgezogen, da durch die metallischen Strahlungsschirme die Einkopplung der magnetischen Lagerung gestört werden könnte. Außerdem ist dieses Isolierungskonzept mit einem hohen Kosten- und Arbeitsaufwand verbunden.

Der nicht vermeidbare nach außen gerichtete Wärmestrom wird durch einen wasserdurchströmten Kühlmantel aufzufangen, Außendurchmesser 117 mm $\times$ Innendurchmesser 109 mm. Die gesamte Breite der Kühlung beträgt damit 4 mm, aufgeteilt in folgende Anteile:

- Dicke der äußeren bzw. inneren Wand: 1 mm,
- Kühlkanaltiefe: 2 mm.

Die Kühlung wird aus Edelstahl gebaut.

Die Auslegung der Kühlkanäle ermöglicht die gleichmäßige Verteilung des Kühlmediums zur Aufnahme der Wärme über den gesamten Kühlbereich, ohne daß das Kühlwasser mit einer Eintrittstemperatur von 15 °C über ca. $\Delta T = 5 \text{ K}$ bis 7 K erwärmt wird. Die Druckverluste entlang der Kühlkanäle bleiben dabei klein.

Zwei verschiedene Kühlungen werden gebaut:

- Version I. Die Kühlung besteht aus bifilar angeordneten Kühlkanälen, deren Verlauf einem zweigängigen Gewinde ähnlich ist. Dadurch wird ein gewünschter Ein- und Auslauf des Kühlwassers am oberen Ende des Kühlrohres ermöglicht. Zur Anfertigung eines Kühlrohres nach dieser Version ist relativ hoher Aufwand erforderlich.
- Version II. Sie besteht aus axial verlaufenden Kühlkanälen, die gleichmäßig um den Umfang des Kühlrohres verteilt werden. Dabei strömt das Wasser nur in eine Richtung – von oben nach unten – entlang des Kühlrohres. Der Auslauf des Wassers

befindet sich am unteren Ende der Kühlung. Die Anfertigung dieser Version ist im Vergleich zur Version I einfacher.

Um den Aufbau der inneren Sicherheitskapsel und die Hubbewegung der Kristallziehvorrichtung nicht zu stören, werden alle Anschlüsse sowie die Halterung am oberen Ende des Heiz- und Kühlsystems des Domes vorgesehen. Die Heizleiter- und Thermoelementenden werden am oberen Ende des Heizrohres herausgeführt und über die Bohrung des oberen Arbeitskopfes der Glasdrehmaschine angeschlossen. Aus dem gleichen Grund befinden sich auch die Anschlüsse der Ein- und Ausläufe am oberen Ende der Kühlung. Die einzige Ausnahme besteht in dem Auslaufanschluß der Version II, der sich am unteren Ende des Kühlrohres befindet.

Das System wird am oberen Ende in Höhe des oberen Einspannbereichs des Rezipienten an einer Haltevorrichtung angeschlossen. Die Haltevorrichtung wird zum Justieren des Systems in dem geringen Ringspalt mit zwei Justiermöglichkeiten versehen. Sie wird am oberen Arbeitskopf der Glasdrehmaschine angeschlossen, s. Zusammenstellung der HWC-Anlage in Abb. 3.2.

Die verwendeten Edelstahlrohre (Werkstoff-Nr.: 1.4541) sollen auf ihre Magnetisierbarkeit überprüft werden. Bei eventuellem Schweißen sollen unmagnetisierbare Zusatzstoffe verwendet werden und die geschweißten Teile im Bereich der Schweißnähte ebenfalls auf ihre Magnetisierbarkeit überprüft werden, da durch das Schweißen hervorgerufene Gefügeänderungen im Grundmaterial Änderungen der magnetischen Eigenschaften bewirken können.

Die Stromversorgung wurde nach den Spezifikationen der Heizung ausgelegt.

Das solide Heiz- und Kühlsystem des Domes bildet zusätzlich die obere Komponente der inneren Schutzvorrichtung der Apparatur.

4.3. Wärmeberechnung zur Auslegung des Heiz- und Kühlsystems des Domes

Zur Auslegung des Heiz- und Kühlsystems des Domes wurden zuerst die thermischen Verhältnisse im System berechnet.

Diese Berechnung wurde unter folgenden Annahmen durchgeführt. Die Anordnung des zu berechnenden Systems wird in Abb. 4.3 schematisch dargestellt.

- Heizrohr (Edelstahl - 1.4541). Außendurchmesser 98 mm, Innendurchmesser 93 mm. Der Durchmesser des Heizrohres dehnt sich bei Betriebstemperatur (720 °C) um $\frac{\Delta L}{L} = 1,375 \%$ bzw. $\Delta L = 1,35 \text{ mm}$ aus. Dann beträgt er $D_{\text{aH}} = 99,35 \text{ mm}$.

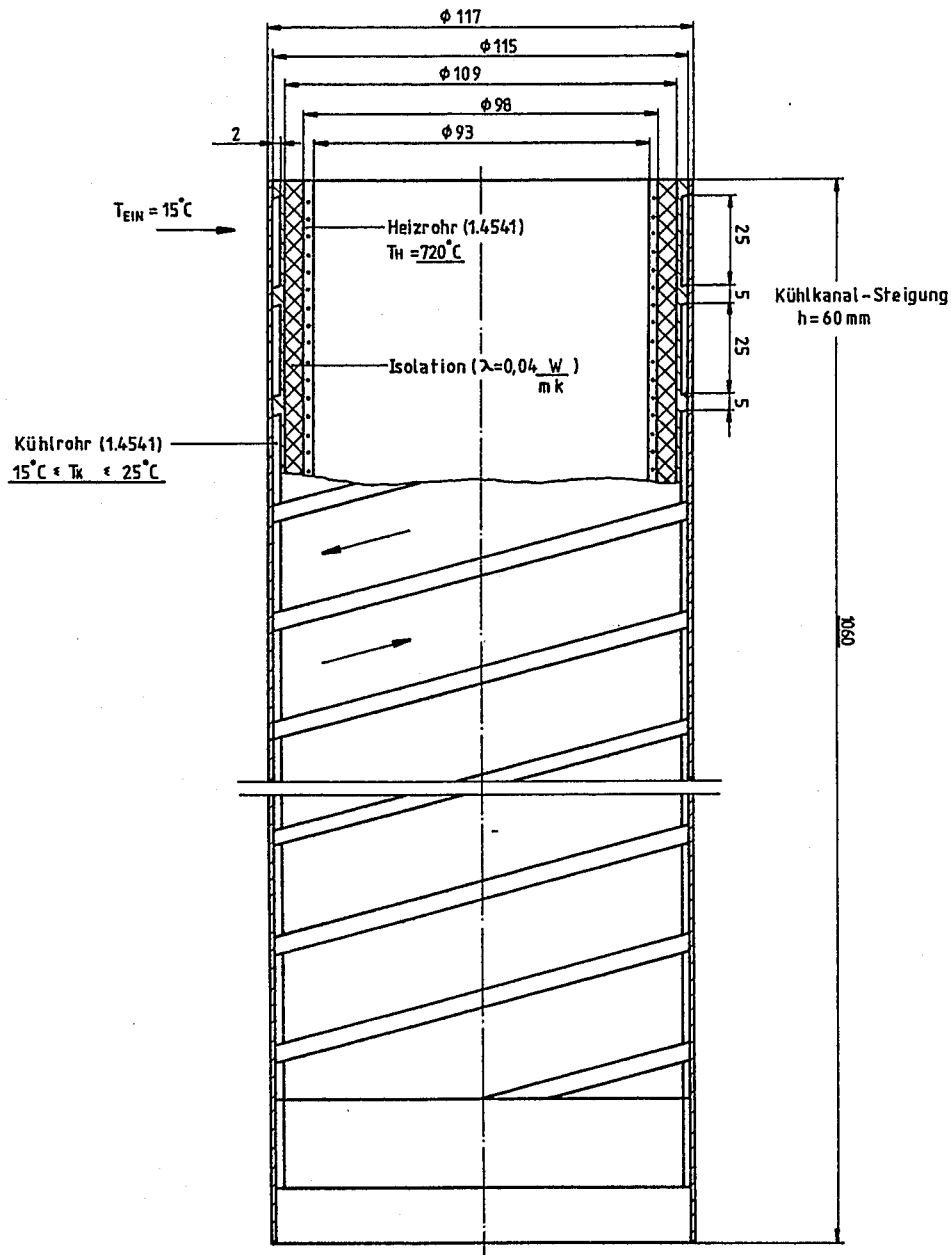


Abb. 4.3: Anordnung zur thermischen Berechnung des Systems.

- Kühlung I (Edelstahl – 1.4541). Außendurchmesser $D_{\text{aK}} = 117 \text{ mm}$ × Innendurchmesser $D_{\text{iK}} = 109 \text{ mm}$. Der Kühlkanal ist bifilar angeordnet (Version I). Der Kanalquerschnitt beträgt Höhe × Tiefe = $25 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$. Die Dicken der Außen- und Innenwand sind je 1 mm. Der Steg zwischen den Kanälen ist 5 mm hoch.

- Isolation. Sie besteht aus einer metallfreien pulverförmigen Hochtemperaturisolation (Gemisch aus Al_2O_3 und SiO_2) mit einer mittleren Wärmeleitfähigkeit im Anwendungstemperaturbereich von $0,04 \text{ W/mK}$. Die Dicke der Isolationsschicht ergibt sich aus dem verfügbaren Spalt zwischen Heizrohr und Kühlung bei Betriebstemperatur:

$$s = \frac{D_{iK} - D_{aH} (720^\circ\text{C})}{2} = 4,8 \text{ mm.}$$

4.3.1. Wärmeübergang an das Kühlwasser

Zur Ermittlung des Wärmeübergangs an das Kühlwasser wird eine erst abgeschätzte Wärmeverlustleistung angesetzt, die durch das Kühlwasser abgeführt werden soll. Diese Wärmeverlustleistung wurde auf etwa 1800 W abgeschätzt. Der zur Abfuhr dieser Wärmeverlustleistung erforderliche Kühlwasser-Massenstrom bei einer Erwärmung des Kühlwassers von $\Delta T = 5 \text{ K}$ (Wassereintrittstemperatur 15°C) errechnet sich aus

$$\dot{Q} = \dot{m} \cdot c \cdot \Delta T \quad \text{bzw.} \quad \dot{m} = \frac{\dot{Q}}{c \cdot \Delta T},$$

mit $c = 4182 \text{ J/Kg}\cdot\text{K}$ (spezifische Wärmekapazität von Wasser bei 20°C), zu $\dot{m} = 0,086 \text{ Kg/s}$.

Der Kühlwasser-Volumenstrom ist gleich

$$\dot{V} = \frac{\dot{m}}{\rho} = 0,086 \frac{\text{lit}}{\text{s}} \quad \text{bzw.} \quad 5,16 \text{ lit/min,}$$

$\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$ (Wasserdichte bei 20°C).

Die mittlere Wassergeschwindigkeit durch den rechteckigen Kanal mit dem Querschnitt $A = 50 \text{ mm}^2$ errechnet sich zu

$$v_m = \frac{\dot{V}}{A} = 1,72 \text{ m/s.}$$

Für den hydraulischen Durchmesser von rechteckigen Kanälen gilt die Beziehung

$$d_h = \frac{4A}{U} = \frac{4 \cdot h \cdot b}{2h + 2b},$$

wobei A der Querschnitt und U der Umfang des Kanals ist. Mit $h = 25 \text{ mm}$ und $b = 2 \text{ mm}$ ergibt sich $d_h = 3,7 \text{ mm}$.

Die Reynolds-Zahl der Wasserströmung durch den rechteckigen Kanal ergibt sich aus der Beziehung

$$\text{Re} = \frac{v_m \cdot d_h}{\nu}$$

Mit $\nu = 1,006 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (kinematische Viskosität des Wassers bei 20°C) errechnet sie sich zu $\text{Re} = 6326$.

Für die Prandtl-Zahl gilt die Beziehung $\text{Pr} = \frac{\nu}{a}$, wobei $a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c}$ die Temperaturleitfähigkeit ist. Dadurch ergibt sich

$$\text{Pr} = \frac{\nu \cdot \rho \cdot c}{\lambda},$$

wobei ν = kinematische Viskosität von Wasser bei 20°C ,
 $\nu = 1,006 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$,
 ρ = Wasserdichte bei 20°C ,
 $\rho = 1000 \text{ Kg}/\text{m}^3$,
 c = spezifische Wärmekapazität von Wasser bei 20°C ,
 $c = 4182 \text{ J}/\text{Kg} \cdot \text{K}$,
 λ = Wärmeleitfähigkeit von Wasser bei 20°C ,
 $\lambda = 0,604 \text{ W}/\text{mK}$

sind.

Sie wird zu $\text{Pr} = 6,97$ berechnet.

Die Kühlkanäle der Version I bilden eine Rohrwendel. Bei der Strömung eines Fluids durch eine Rohrwendel tritt eine durch die Krümmung des Rohres bewirkte Vergrößerung des Wärmeüberganges zwischen Fluid und Rohrwand gegenüber des Wärmeüberganges in einem geraden Rohr auf. Außerdem erhöht sich der Druckverlust.

Die Vergrößerung des Wärmeübergangskoeffizienten hängt vom Krümmungsverhältnis d/D der Rohrwendel ab. Mit d ist der innere bzw. hydraulische Durchmesser des die Wendel bildenden Rohres und mit D der mittlere Krümmungsdurchmesser der Wendel bezeichnet.

Der mittlere Krümmungsdurchmesser D der Rohrwendel ergibt sich aus

$$D = D_w \left[1 + \left(\frac{h}{\pi \cdot D_w} \right)^2 \right] \quad (\text{V. Gnielinski 1988}).$$

Mit D_w ist der mittlere Durchmesser und mit h die Steigung der Rohrwendel bezeichnet. Der mittlere Krümmungsdurchmesser D des bifilaren Kühlkanals errechnet sich mit $D_w = 113 \text{ mm}$ und $h = 60 \text{ mm}$ zu $D = 116,23 \text{ mm}$.

Gegenüber dem geraden Rohr verschiebt sich der Umschlag von laminarer zu turbulenter Strömung mit zunehmendem Krümmungsverhältnis d/D zu höheren Reynolds-Zahlen. Für die kritische Reynolds-Zahl von Rohrwendeln gilt

$$Re_{Krit} = 2300 \left[1 + 8,6 \left(\frac{d}{D} \right)^{0,45} \right] \quad (\text{V. Gnielinski 1988}).$$

Für den bifilaren Kühlkanal ergibt sich mit $d = d_h = 3,7 \text{ mm}$ und $D = 116,23 \text{ mm}$ die $Re_{Krit} = 6493$. Da

$$Re_{Krit} = 6493 > Re = 6326$$

ist, handelt es sich um eine laminare Strömung.

Im Bereich $Re_{Krit} \geq Re$ ergibt sich die Nusselt-Zahl aus der Beziehung

$$Nu = \left(3,66 + 0,08 \left[1 + 0,8 \left(\frac{d}{D} \right)^{0,9} \right] Re^m Pr^{1/3} \right) \left(\frac{Pr}{Pr_w} \right)^{0,14}$$

mit $m = 0,5 + 0,2903 \left(\frac{d}{D} \right)^{0,194}$ (V. Gnielinski 1988).

Mit Pr_w ist die Prandtl-Zahl bei der Wandtemperatur gemeint. Für die vorgegebene Wasserströmung durch den bifilaren Kühlkanal ergibt sich mit $d = d_h = 3,7 \text{ mm}$ und $Pr \approx Pr_w$ die Nusselt-Zahl zu $Nu = 49,75$.

Der Wärmeübergangskoeffizient an dem Kühlwasser ergibt sich aus der Nu -Zahl durch die Beziehung

$$\alpha = Nu \frac{\lambda}{d_h}.$$

Er errechnet sich mit $\lambda = 0,604 \text{ W/mK}$ (Wärmeleitfähigkeit von Wasser bei 20°C) und $d_h = 3,7 \text{ mm}$ zu $\alpha = 0,81 \text{ W/cm}^2\text{K}$.

4.3.2. Wärmeverluste des Systems

Zur Berechnung der von der Heizung über die Isolation an das Kühlwasser übertragenden Wärme muß der Wärmedurchgangskoeffizient ermittelt werden. Für den Wärmedurchgangskoeffizient von Rohrwänden gilt die Beziehung

$$k_{H, \text{ Rohr}} = \frac{1}{\frac{D \cdot \ln(D_{a_{iso}}/D_{i_{iso}})}{2 \cdot \lambda_{iso}} + \frac{1}{\alpha}}.$$

Dabei sind:

- D = Durchmesser der wärmedurchsetzten Fläche bzw. innerer Durchmesser des Kühlrohres,
- D_a = D_{iK} = 10,9 cm,
- D_{a_{iso}} = Außendurchmesser der Isolationsschicht,
- D_{a_{iso}} = 10,9 cm,
- D_{i_{iso}} = innerer Durchmesser der Isolationsschicht bzw. äußerer Durchmesser des Heizrohres bei 720 °C,
- D_{i_{iso}} = D_{aH} = 9,935 cm,
- λ_{iso} = mittlere Wärmeleitfähigkeit der Isolationsschicht,
- λ_{iso} = 0,004 W/cm·K,
- α = Wärmeübergangskoeffizient an dem Kühlwasser,
- α = 0,81 W/cm²·K.

Daraus ergibt sich der auf die wärmedurchsetzte Fläche bezogene Wärmedurchgangskoeffizient zu $k_H = 7,91 \cdot 10^{-4} \text{ W/cm}^2\text{K}$.

Die radiale Wärmeverlustleistung der Heizung, die über die Isolation an das Kühlwasser übertragen wird, ergibt sich aus

$$\dot{Q} = k_H \cdot A \cdot \Delta T.$$

Als wärmedurchsetzte Fläche A kann die gesamte innere Fläche des Kühlrohres betrachtet werden. Sie errechnet sich aus

$$A = \pi \cdot D_{iK} \cdot l,$$

mit D_{iK} = innerer Durchmesser des Kühlrohres,
D_{iK} = 10,9 cm,

l = Länge des Kühlrohres,
 l = 106 cm,
 zu A = 3630 cm².

Bei einer angenommenen mittleren Temperatur der Heizung von 720 °C und der Kühlung von 20 °C beträgt die Temperaturdifferenz $\Delta T = 700$ K. Damit ergibt sich die radiale Wärmeverlustleistung des Systems zu $\dot{Q} = 2010$ W.

Diese Wärmeverluste können gleich den gesamten Wärmeverlusten des Systems gesetzt werden. Die axiale Wärmeverluste durch den Deckel der Heizung sind im Vergleich mit den radialen Wärmeverlusten unbedeutend gering. Diese Stelle des Systems kann aufgrund des verfügbaren Raums am oberen Ende der Apparatur ausreichend isoliert werden. Zur Aufrechterhaltung der Betriebstemperatur im Rezipient unterhalb des Wirkungsbereiches der Domheizung werden weitere Heizsysteme eingesetzt.

4.3.3. Thermische Verhältnisse in der Kühlung

Von der Gruppe Auslegung der ZAT des Forschungszentrums Jülich wurde eine rechnerische Analyse der Temperaturen erstellt. Es sollte nachgewiesen werden, daß in dem konzipierten Kühlmantel (Version I) die obere Grenze des Temperaturbereichs zum optimalen Betrieb der Regelungselemente der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung von 25 °C nicht überschritten wird.

Aufgrund der bifilaren Anordnung des Kühlkanals, wobei das Kühlwasser in dem gewindeartig umlaufenden Kanal im Gegenstrom (Hin- und Rückstrom) geführt wird, wurde die Kühlung als bifilarer Wärmetauscher (s. Abb. 4.4) betrachtet.

Das Kühlwasser nimmt hauptsächlich Wärme von der innen gelegenen Heizung auf (s. Abb. 4.5). Diese Wärmeübertragung wurde mittels des Wärmedurchgangskoeffizienten k_H berechnet. Darüberhinaus kann ein Wärmeaustausch zwischen dem Wasserhin- und dem Wasserrückstrom stattfinden, der den Temperaturverlauf des Kühlwassers beeinflußt. Dieser Vorgang wird durch den Wärmedurchgangskoeffizient k_G , der den Wärmewiderstand des Trennstegs der Kühlkanäle beinhaltet, charakterisiert.

Bei dem Wärmedurchgang vom wärmeren Wasserrückstrom zum kälteren Wasserhin- und Rückstrom gibt es beiderseits des Trennstegs einen Wärmeübergangswiderstand und dazwischen den Leitwiderstand des Trennstegs. Für den Wärmedurchgangskoeffizient gilt die Beziehung

$$k_G = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{\text{Hin}}} + \frac{s_G}{\lambda_G} + \frac{1}{\alpha_{\text{Rück}}}}.$$

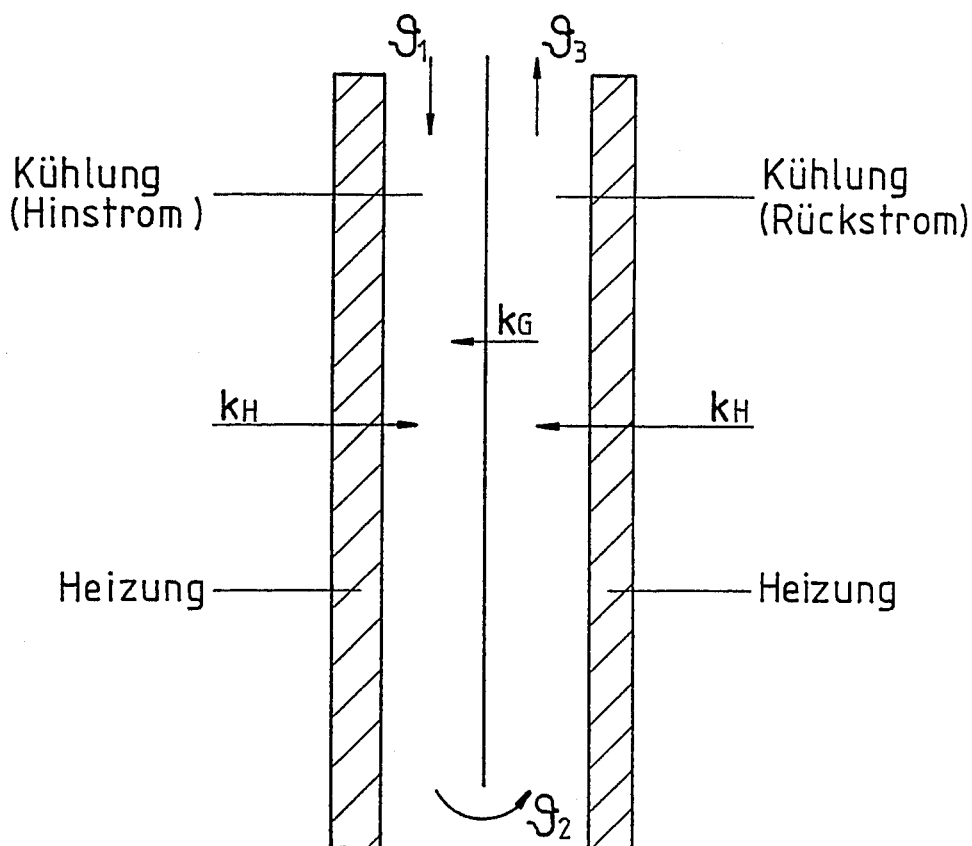


Abb. 4.4: Schematische Anordnung des bifilaren Wärmetauschers (F. Stelzer 1989).

Der Temperaturverlauf im Kühlwasser auf der Hinstromstrecke wurde aus nachfolgender Formel berechnet:

$$T = T_1 + \theta_{H_1} \left[\frac{k_G^2 A_G^2}{2 \dot{m}^2 c^2} \left(1 - \exp \left(\frac{-k_H A_{H_3}}{\dot{m} c} \right) \right) + \left(1 - \exp \left(\frac{-k_H A_H}{\dot{m} c} \right) \right) \right]$$

(F. Stelzer 1966).

Dabei sind

- T = ortsabhängige Temperatur,
- T_1 = Wassereintrittstemperatur (vgl. Abb. 4.4),
- $T_1 = 16^\circ \text{C}$,
- θ_{H_1} = Temperaturdifferenz zwischen Heizung und Wasser am Wassereintritt,

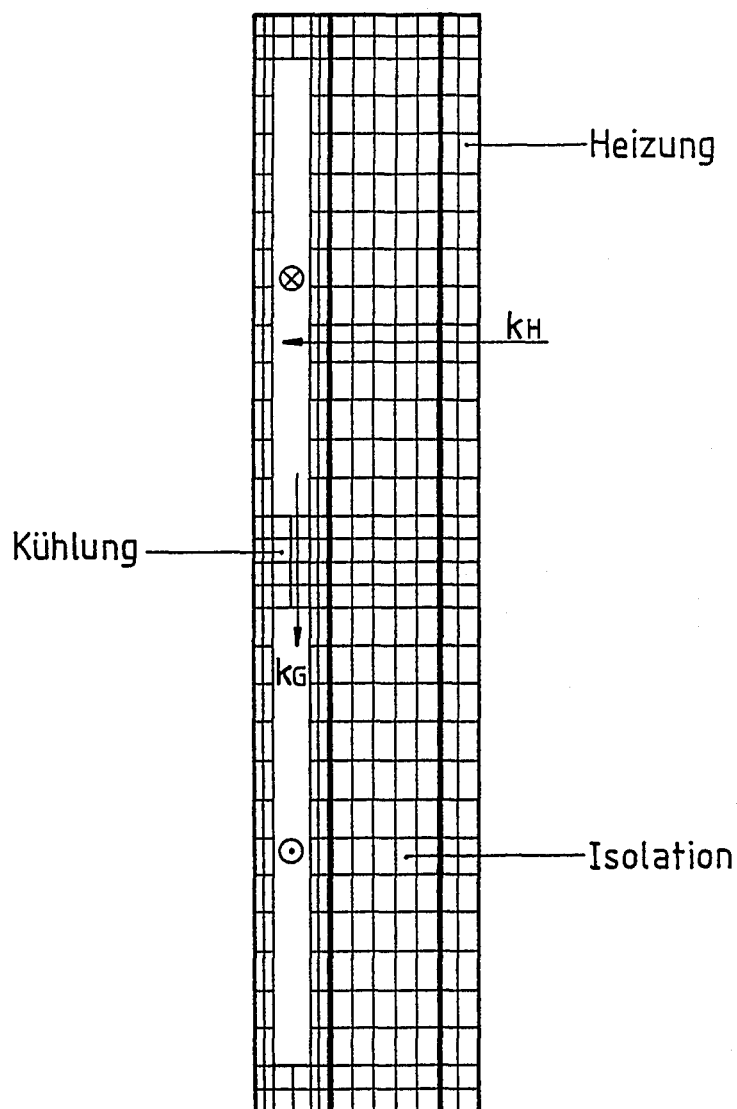


Abb. 4.5: Zur Definition von k_H und k_G (F. Stelzer 1989).

$A_G = h_G \cdot x$, wärmeübertragende Fläche, die beim Gegenstrom eine Rolle spielt, $h_G = 0,2 \text{ cm}$,

$A_{H_3} = h_H \cdot l$, Gesamtfläche, über die die Wärmeübertragung von der Heizung an das Wasser stattfindet,

$A_H = h_H \cdot x$, ortsabhängige wärmeübertragende Fläche, über die die Wärme von der Heizung an das Wasser übergeht,

- $\dot{m}$ = Wassermassenstrom,
 $\dot{m}$ = 0,086 Kg/s,
 l = gesamte Länge des Kühlkanals (Hin- und Rückstrom), sie wurde mit $l = 1200$ cm angesetzt.

Die Ortskoordinate x läuft von 0 bis $\frac{1}{2} = 600$ cm, Umkehrpunkt der Wasserstromrichtung. Es wurden die Zahlenwerte der folgenden Tabelle errechnet:

x	T
0	16
50	16,16
100	16,32
150	16,48
200	16,63
250	16,79
300	16,95
350	17,11
400	17,28
450	17,44
500	17,60
550	17,76
600	17,92

Tabelle 4.1: Temperaturverlauf im Kühlwasser auf der Hinstromstrecke (F. Stelzer 1989).

Das Kühlwasser wurde bis zum Umkehrpunkt, $T_2 = 17,92$ °C, um $\Delta T = 1,92$ K erwärmt.

Die Austrittstemperatur des Wassers wurde anhand der Formel

$$T_3 = T_1 + \theta_{H_1} (1 - \exp(-k_H A_H / (\dot{m} \cdot c)))$$

zu $T_3 = 19,78$ °C errechnet.

Dies bedeutet, daß die Erwärmung des Kühlwassers vom Umkehrpunkt bis zum Austritt (Rückstrom),

$$\Delta T_{23} = T_3 - T_2 = 1,86 \text{ K},$$

etwa gleich der Erwärmung im Hinstrom $\Delta T_{12} = 1,92$ K beträgt.

Der Beitrag zur Erwärmung des Kühlwassers durch den Gegenstrom-Wärmeaustausch hat sich aufgrund der geringen Temperaturdifferenz zwischen Hin- und Rückstrom als unbedeutsam klein erwiesen.

Zur Temperaturverteilung in der Wand der Kühlung wurde eine Finite-Elemente-Analyse durchgeführt. Für die Analyse genügte aufgrund der einheitlichen Temperaturen des Kühlwassers entlang der Kühlung die Nachbildung eines Kühlkanals. In der Abb. 4.6 wird das Netz und in der Abb. 4.7 die Temperaturverteilung gezeigt. Die Temperaturen in der Wand sind ziemlich homogen (minimum 19 °C, maximum 19,3 °C) (F. Stelzer 1989).

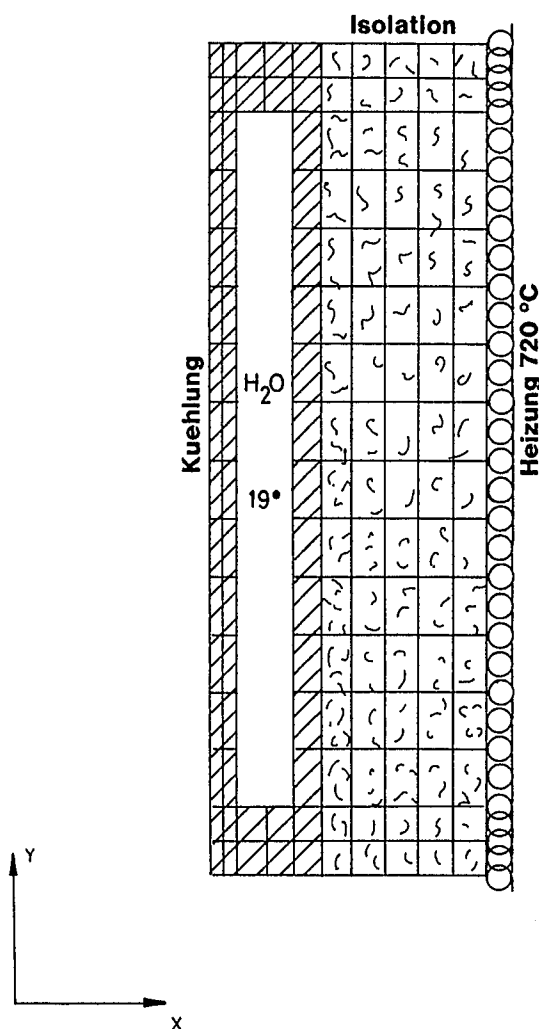


Abb. 4.6: Finite-Elemente-Netz (F. Stelzer 1989).

4.4. Konstruktion

Es wurde ein Heiz- und Kühlsystem für den Dom-Bereich der Apparatur nach dem erstellten Konzept konstruiert. Dieses System sollte die gestellten Anforderungen zum

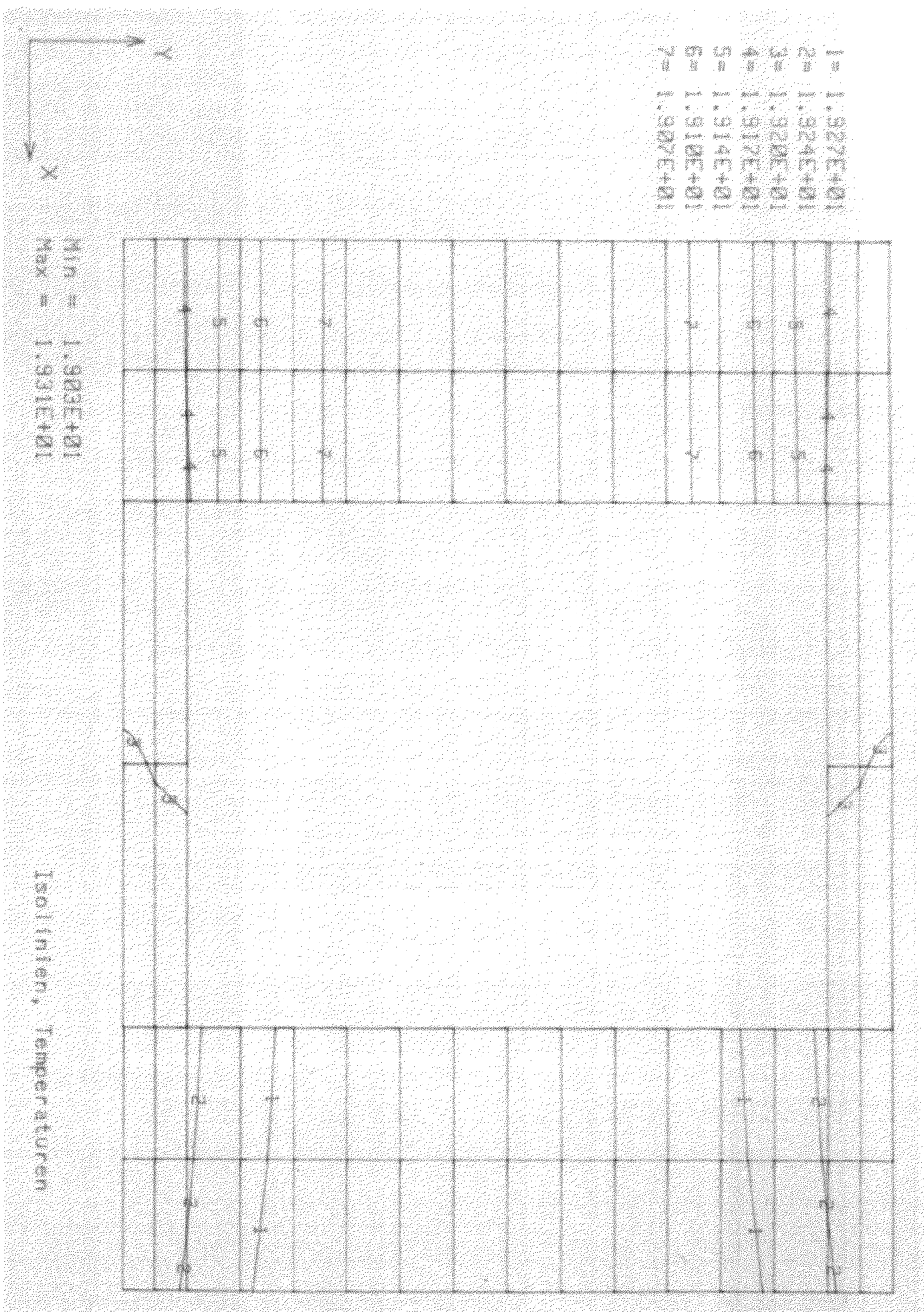
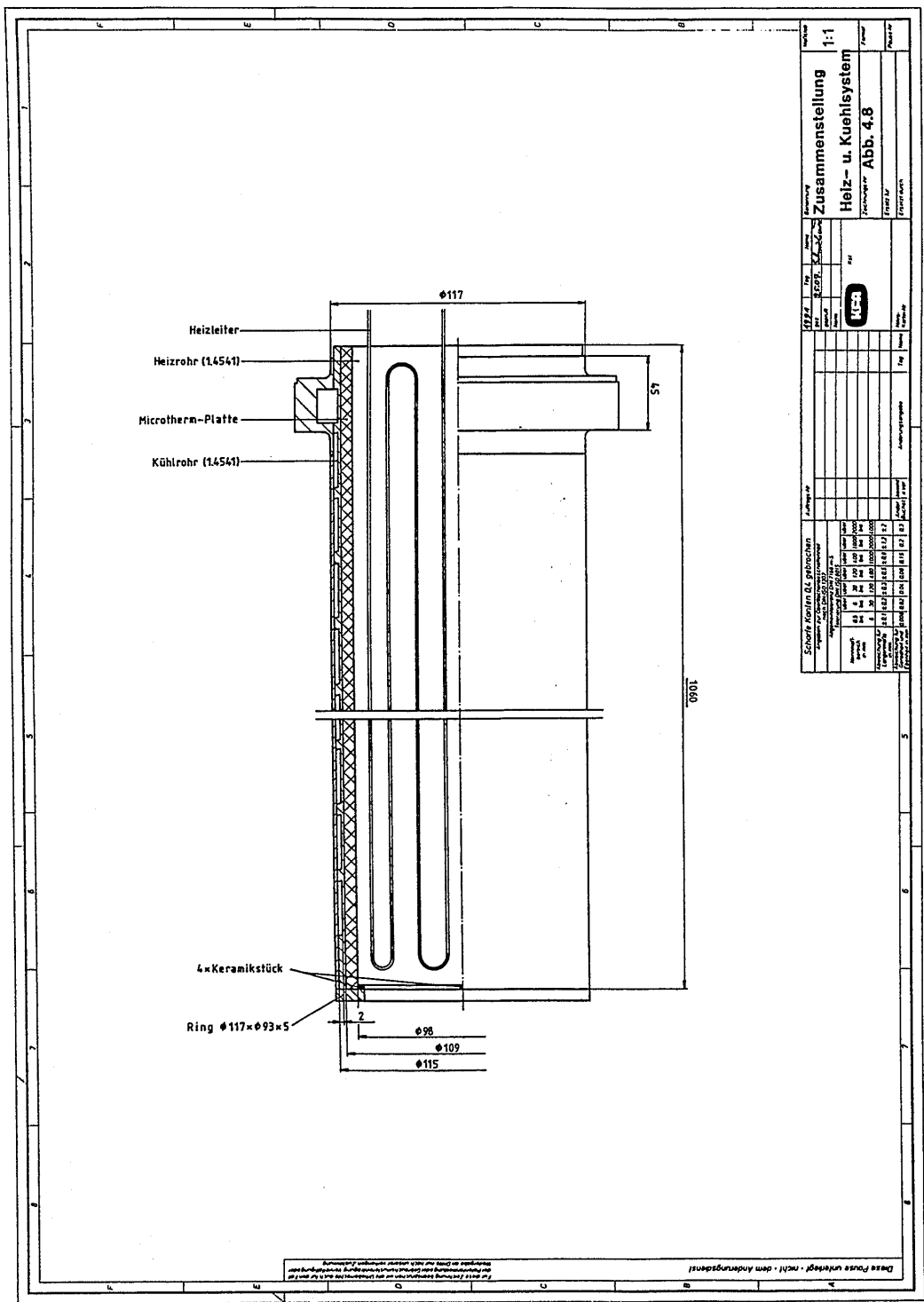
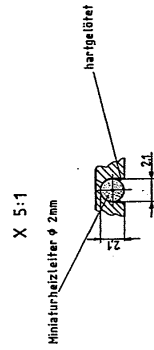
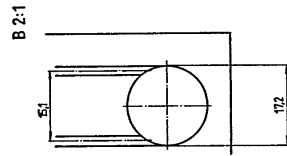
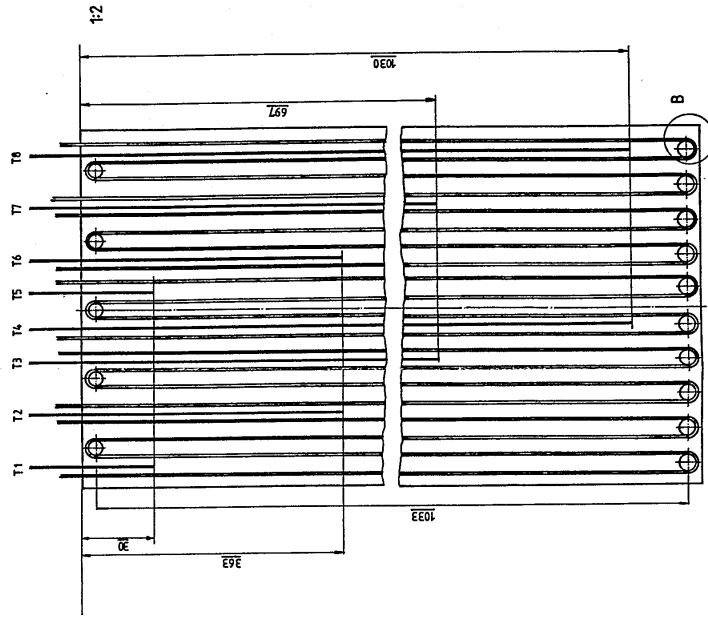


Abb. 4.7: Temperaturverteilung in der Wand der Kühlung (F. Stelzer 1989).



[illegible]

An der Mantelfläche des Heizrohres werden zusätzlich Nuten für acht Thermoelemente zur Überwachung der Temperaturen im Heizrohr eingefräst. Die Längen dieser Nuten sind so ausgelegt, daß in vier verschiedenen Höhen im Heizrohr zwei um 180° versetzte Thermoelemente eingebracht werden. Alle Thermoelementeenden werden nach oben herausgeführt.

Die in den Nuten des Heizrohres eingebrachten Heizleiter und Thermoelemente werden in einem speziellen Ofen anschließend hartverlötet.

Das Heizrohr wurde vor seiner Bearbeitung, als Rohling, und danach mit dem Magnetoskop auf seine Magnetisierbarkeit hin überprüft. Es wurde eine ausreichend geringe Permeabilität von $\mu = 1,01$ bis $1,03$ gemessen.

4.4.1.2. Heizleiter

Die eingesetzten Miniatur-Heizleiter sind sogenannte Thermocoax-Heizleiter der Fa. Philips. Diese Heizleiter basieren auf einem Widerstandsdraht aus einer 80/20 Chrom-Nickel Legierung, eingebettet in pulverförmigem Magnesiumoxid und umgeben von einem Mantel aus Inconel 600 oder rostfreiem Stahl.

Bei der Übertragung von hohen Wärmeströmen können Überhitzungs-Probleme an den Anschlußstellen auftreten, da hier meistens keine gute Wärmeableitung gewährleistet ist. Zu solchen Fällen werden Heizleiter mit sogenannten "kalten Enden" eingesetzt, wobei die Heizader aus Nickel-Chrom-beschichtetem Kupfer besteht. Hier ist der Aderwiderstand der Anschlußenden erheblich herabgesetzt und sie geben daher örtlich weniger Leistung ab (Philips 1989).

In Abb. 4.10 wird ein Thermocoax-Heizleiter mit "kalten Enden", sowie auch das Temperaturgefälle zwischen dem "heißen Teil" und den "kalten Enden" des Heizleiters schematisch dargestellt.

Die eingesetzten Heizleiter sind die des Typs TZEZT Ac20/100-20-417-20-100. Dabei bedeuten die Codeziffern,

E = "heißer Teil" des Heizleiters,

Z = Übergangsteil des Heizleiters zwischen "heißem" und "kaltem" Teil,

T = "kaltes Ende" des Heizleiters.

Die Bezeichnung Ac gibt den Werkstoff des äußeren Mantels (rostfreier Austenitstahl) und die nachfolgende Zahl 20 den Durchmesser des Heizleiters in Zehntel mm an. Die anschließenden Zahlen geben die Längen der verschiedenen Teile entsprechend der Reihenfolge der Codeziffern, in cm an (Philips 1989).

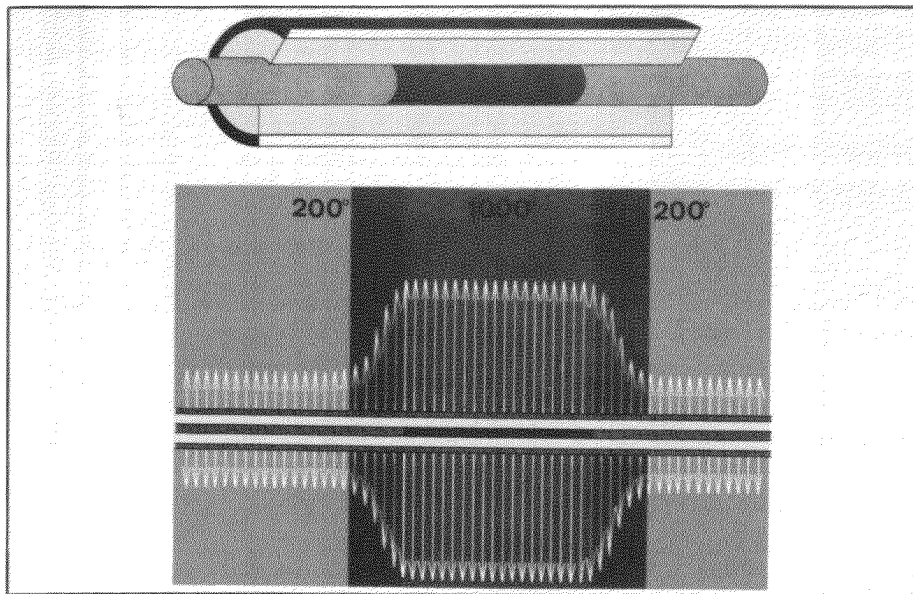


Abb. 4.10: Heizleiter mit "kalten Enden" (Philips 1989).

Die Längen der verschiedenen Teile der eingesetzten Heizleiter wurden so ausgelegt, daß in die gut wärmekontaktierenden Nuten des Heizrohres die gesamte "heiße" Strecke und jeweils mindestens 20 mm der anschließenden Übergangsteile des Heizleiters eingebracht werden können. Die beiden herausragenden "kalten" Enden des Heizleiters bilden die Anschlußstellen außerhalb des Heizrohres. Damit wird eine wichtige Voraussetzung zur Vermeidung einer Überhitzung der Heizleiter erfüllt.

4.4.1.3. Auslegung der Heizung

Die Auslegung der Heizung basiert auf der Wärmeberechnung des Heiz- und Kühlsystems und den elektrischen Daten der Thermocoax-Heizleiter. Die gesamten Verluste des Heiz- und Kühlsystems des Domes wurden zu $\dot{Q} = 2010 \text{ W}$ berechnet. Die einzubringende Leistung der Domheizung sollte höher sein, damit ausreichende Reserven für ein schnelles Aufheizen oder für einen Betrieb in höheren Temperaturen zur Verfügung stehen. Dazu sollte die erforderliche Betriebsspannung unter der Durchschlagsspannung der eingesetzten Heizleiter, die von der Betriebstemperatur und dem Durchmesser der Heizleiter abhängt, liegen.

Die maximale Leistung bzw. Betriebsspannung der Domheizung wurde durch die maximalen Ausgangsleistungen bzw. -spannungen der im Handel vorhandenen Gleichstromversorgungen, die bei 4 – 5,5 KW bzw. 100 – 120 V liegen, bedingt.

Um die Betriebsspannung, die auch eine entscheidende Rolle zusammen mit der Betriebstemperatur für die Lebensdauer der Heizleiter spielt, möglichst klein zu halten, werden die fünf Heizleiter parallel geschaltet.

Bei den eingesetzten Thermocoax-Heizleitern mit einem Durchmesser von 2,0 mm beträgt der Widerstand des "heißen" Teils 3,1 Ω /m. Der Widerstand über die gesamte Länge der eingesetzten Heizleiter beträgt ca. 13 Ω . Der gesamte Widerstand der fünf parallel geschalteten Heizleiter errechnet sich zu $R_{\text{ges}} = 2,6 \Omega$.

Bei einer maximalen Ausgangsleistung der Stromversorgung von ca. $P = 4 \text{ KW}$ ergibt sich eine Betriebsspannung der eingesetzten Heizleiter von

$$U = \sqrt{P \cdot R_{\text{ges}}} = 102 \text{ V}$$

Der gesamte Strom beträgt $I = 39 \text{ A}$.

Die Durchschlagsspannung der eingesetzten Heizleiter liegt bei einer Betriebstemperatur von 800 °C um Faktor 3,5 höher als die maximale Betriebsspannung der Domheizung. Da der Betriebszustand der eingesetzten Heizleiter weit unter den Belastungsgrenzen liegt, ist eine lange Lebensdauer, – laut Hersteller – für sie gewährleistet.

4.4.2. Isolation

4.4.2.1. Beschreibung

Zur Unterdrückung der radialen Wärmeverluste der Dom-Heizung wird eine metallfreie, in Glasseide gefaßte plattenförmige Pulverisolation ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ -Gemisch) mit einer Dichte von $\rho = 240 \text{ Kg/m}^3$, "gestepptes Microtherm", der Fa. Microtherm Europa in Belgien, eingesetzt.

Die Isolationsplatte wird zylindrisch gebogen und um die Mantelfläche des Heizrohres herumgewickelt. Anschließend wird das Heizrohr mit der umwickelten Isolation in das Innere des Kühlrohres eingeschoben, s. Zusammenstellung in Abb. 4.8.

Aufgrund der in der Dicke der Isolationsplatten vorhandenen Toleranzen, die durch das gesteppte Pulver hervorgerufen werden, kann nicht eine Platte mit einer Dicke gleich der Breite des Spaltes zwischen Heizung und Kühlung eingesetzt werden. Durch die entstehenden Ungleichmäßigkeiten in der Dicke der Platte wird das Einschieben des mit der Isolation umwickelten Heizrohres ins Kühlrohr verhindert.

Die Erprobung von verschiedenen dicken Isolationsplatten hat erwiesen, daß die im Spalt maximal passende Microthermplatte eine Solldicke von 3,5 mm haben soll. Die eingesetzten Isolationsplatten haben die Sollmaße $1065 \times 333 \times 3,5 \text{ mm}$.

Die Solldicke von 3,5 mm stimmt mit der mittleren Ist-Dicke der eingesetzten Isolationsplatten überein. Zur Bildung der mittleren Ist-Dicke wurde die Dicke (mit den vorhandenen $\pm$ Toleranzen) an mehreren Stellen der eingesetzten Isolationsplatten gemessen.

4.4.2.2. Wärmeverluste des Systems bei der eingesetzten Isolationsplatte

Da bei der Berechnung der Wärmeverluste des Systems eine Dicke der Isolationsschicht von 4,8 mm angenommen wurde (s. Kap. 4.3.), wird im folgenden der Einfluß der kleineren Isolationsschicht mit der Dicke von 3,5 mm rechnerisch bestimmt.

Die Wärmeverluste werden, wie in Kap. 4.3.2., aus der Beziehung

$$\dot{Q} = k_H \cdot A \cdot \Delta T$$

ermittelt.

Der Wärmedurchgangskoeffizient ergibt sich aus der Beziehung:

$$k_H = \frac{1}{D \frac{\ln(D_{a_{iso}}/D_{i_{iso}})}{2 \lambda_{iso}} + \frac{1}{\alpha}}$$

Dabei bedeuten:

- $D = D_{iK}$ = Durchmesser der wärmedurchsetzten Fläche bzw. innerer Durchmesser des Kühlrohres,
- $D = D_{iK}$ = 10,9 cm,
- $D_{a_{iso}}$ = äußerer Durchmesser der eingesetzten Isolationsplatte mit einer Dicke von 3,5 mm bei Betriebstemperatur,
- $D_{a_{iso}}$ = 10,635 cm,
- $D_{i_{iso}} = D_{aH}$ = innerer Durchmesser der Isolationsplatte bzw. äußerer Durchmesser des Heizrohres bei Betriebstemperatur,
- $D_{i_{iso}} = D_{aH}$ = 9,935 cm,
- λ_{iso} = mittlere Wärmeleitfähigkeit der Isolationsplatte,
- λ_{iso} = 0,0004 W/cm·K,
- α = Wärmeübergangskoeffizient an das Kühlwasser,
- α = 0,81 W/cm²K (aus Kap. 4.3.1.).

Es ergibt sich $k_H = 1,08 \cdot 10^{-3}$ W/cm²K.

Maßgebend für die Berechnung des Wärmedurchgangs von der Domheizung über die Isolation an das Kühlwasser ist die Dicke, die im ln-Glied der Formel zur Bestim-

mung des Wärmedurchgangskoeffizienten beinhaltet ist, zusammen mit der Wärmeleitfähigkeit der Isolationsschicht. Der Einfluß des Wärmeübergangskoeffizienten ist dabei deutlich geringer.

Aus der Beziehung

$$\dot{Q} = k_H \cdot A \cdot \Delta T,$$

wobei

A = wärmedurchsetzte Fläche bzw. innere Fläche des Kühlrohres,

A = 3630 cm²,

ΔT = Temperaturdifferenz zwischen Heizung ($T_H = 720$ °C) und Kühlung ($T_K = 20$ °C),

ΔT = 700 K

sind, ergibt sich die Wärmeverlustleistung $\dot{Q} = 2744$ W. Diese Wärmeverlustleistung ist um 36,5 % größer als die berechnete Wärmeverlustleistung bei einer Dicke von 4,8 mm, die gleich der Spaltbreite bei Betriebstemperatur ist. Gleichzeitig liegt sie aber deutlich unter der maximalen Leistung der Stromversorgung (ca. 4 KW) und damit der Domheizung.

In dieser Berechnung wird nicht der Einfluß der geringfügigen, unerfaßbaren Hohlräume, die sich aufgrund der geringeren Isolationsdicken, zwischen Heizung und Isolation bzw. Isolation und Kühlung bilden, berücksichtigt.

4.4.3. Kühlung I

4.4.3.1. Beschreibung

Die Kühlung nach der Version I, s. Abb. 4.11, besteht hauptsächlich aus zwei Edelstahlrohren (1.4541). Die entsprechenden Rohlinge wurden mit dem Magnetoskop auf ihre Magnetisierbarkeit überprüft. Die gemessene Permeabilität lag bei $\mu = 1,01 - 1,03$.

Das innere Rohr wird auf Endmaße, Außendurchmesser 115 mm, Innendurchmesser 109 mm und Länge 1060 mm, bearbeitet. An der Mantelfläche dieses Rohres werden erst der obere Ein- bzw. Auslaufkanal und dann die zweigängig verlaufenden Kühlkanäle, Höhe 25 mm $\times$ Tiefe 2 mm unter einer Steigung von 60 mm eingefräst bzw. abgedreht. Der Trennsteg zwischen den Kühlkanälen ist 5 mm hoch. Die Steigung von 60 mm ergibt sich aus der Summe der Höhen von zwei Kühlkanälen und zwei Trennstegen. Am unteren Ende des Rohres wird der Umkehrkanal angearbeitet. In diesem Kanal endet der Hinstromkanal und fängt der um 180° versetzte Rückstromkanal an.

Das äußere Rohr hat einen Außendurchmesser von 117 mm, einen Innendurchmesser von 115 mm und eine Länge von 1010 mm.

Innen- und Außenrohr werden nach der Bearbeitung auf Endmaß durch "Schrumpfen" (Fügen) miteinander verbunden. Vor dem Fügen wird das Innenrohr in einem Bad von flüssigem Stickstoff ($T = 77 \text{ K}$) abgekühlt und wird das Außenrohr auf $200 - 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ aufgeheizt. Dadurch schrumpft das Innenrohr bzw. dehnt sich das Außenrohr aus, so daß der für das Fügen erforderliche Spalt zwischen Innen- und Außenrohr entsteht. Anschließend findet das Fügen statt, wobei das Außenrohr über das Innenrohr geführt wird. Nach dem Fügen sind beide Teile stramm miteinander verbunden, wobei die Haftkräfte durch Schrumpfen des Außenrohres beim Erkalten bzw. Ausdehnen des Innenrohres beim Erwärmen auf Raumtemperatur entstehen.

Die Auslegung des vor dem Fügen vorhandenen Übermaßes in den beiden Teilen muß so erfolgen, daß bei Raumtemperatur einerseits ein ausreichender Haftkontakt zwischen der gesamten Fläche des Trennstegs und dem Außenrohr gewährleistet wird (Kleinsthaftmaß) und andererseits das möglich größte Übermaß (Größthftmaß) nicht zu einer Überschreitung der zulässigen Bauteilbeanspruchung führt. Damit das Zusammensetzen der beiden Rohrteile nach dieser Art gelingt, müssen die Endmaße der Rohrteile innerhalb dieser Toleranzen liegen.

Insbesondere ist die Wasserdichtheit der durch das Fügen hergestellten Kontakte zwischen den Trennstegen der Kanäle und dem Außenrohr zu überprüfen. Davon hängt die störungsfreie, gleichmäßige Strömung des Wassers über die gesamte Kanallänge ab, ohne daß unerwünschte Strömungsunterbrechungen bzw. -überläufe zwischen den Kanälen aufgrund von Undichtheiten auftreten.

Beide Kühlrohre werden am unteren Ende dicht miteinander verschweißt.

Zum Anschluß der Kühlung sowie zum Haltern des gesamten Systems wird am oberen Ende der zusammengesetzten Kühlrohre ein Flansch angebracht, der aus einem Drehteil besteht. Im Inneren dieses Teils wird eine Nut zur Bildung des verbreiterten Ein- bzw. Auslaufkanals eingefräst. Diese Nut wird zur Trennung des Ein- und Auslaufs an zwei Stellen unterbrochen. In zwei seitlichen Bohrungen werden die Anschlußrohre des Ein- und Auslaufs tangentiaal zum Flansch eingeschweißt. Durch die tangentiale Anordnung der Anschlußrohre sollen die Druckverluste durch eine plötzliche Änderung der Strömungsrichtung beim Ein- und Auslauf vermindert werden. Außerdem werden seitlich am Flansch drei Flachstähle, die mit durchgehenden Bohrungen versehen sind, zum Haltern des Systems angeschweißt. Der Flansch wird an der Kühlung dicht verschweißt.

Am unteren Ende der Kühlung wird stirnseitig ein Ring, Außendurchmesser 115 mm, Innendurchmesser 93 mm, angeheftet. Auf vier kleinen Keramikstücken, die an diesem Ring befestigt werden, stützt sich das Heizrohr beim zusammengesetzten System ab. Durch die Keramikstücke wird ein direkter Wärmekontakt zwischen Heizrohr und Kühlung vermieden.

4.4.3.2. Druckverluste in der Kühlung

Zur Abfuhr durch die Kühlung der in Kap. 4.4.2.2. für eine Erwärmung des Kühlwassers von $\Delta T = 5 \text{ K}$ berechneten Wärmeverlustleistung von $\dot{Q} = 2744 \text{ W}$ ist eine Wassermenge von

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{c \cdot \Delta T} = 0,13 \text{ Kg/s}$$

erforderlich, $c = 4182 \text{ J/KgK}$, spezifische Wärmekapazität von Wasser bei 20°C .

Der entsprechende Wasservolumenstrom errechnet sich mit $\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$ zu

$$\dot{V} = \frac{\dot{m}}{\rho} = 0,13 \text{ lit/sec bzw. } 7,8 \text{ lit/min.}$$

Die mittlere Wassergeschwindigkeit durch den rechteckigen Kanal mit dem Querschnitt von $A = 50 \text{ mm}^2$ errechnet sich zu

$$v_m = \frac{\dot{V}}{A} = 2,6 \text{ m/s.}$$

Die Reynolds-Zahl der Wasserströmung durch den Kühlkanal ergibt sich aus der Beziehung

$$\text{Re} = \frac{v_m \cdot d_h}{\nu},$$

wobei

d_h = hydraulischer Durchmesser des Kühlkanals,

$d_h = 3,7 \text{ mm}$ (aus Kap. 4.3.1.),

ν = kinematische Viskosität des Wassers,

$\nu = 1,006 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ (20°C),

sind. Sie errechnet sich zu $\text{Re} = 9563$. Da $\text{Re} = 9563 > \text{Re}_{\text{Krit}} = 6493$ (aus Kap. 4.3.1.) ist, handelt es sich um eine turbulente Strömung.

Für den Widerstandsbeiwert ξ von turbulenten Strömungen in Rohrwendeln gilt die Beziehung

$$\xi = \frac{0,3164}{\text{Re}^{0,25}} \left[1 + 0,095 \left(\frac{d_i}{D} \right)^{1/2} \text{Re}^{0,25} \right] \quad (\text{V. Gnielinski 1988}).$$

Mit $d_i = d_h = 3,7 \text{ mm}$ und $D = 116,23 \text{ mm}$, als mittlerer Krümmungsdurchmesser der Rohrwendel aus Kap. 4.3.1., ergibt sich $\xi = 0,037$.

Die gesamte Länge des Kühlkanals, bestehend aus der Strecke des Hin- und Rückstroms, des Ein- und Auslaufkanals sowie des Umkehrkanals wurde zu $l = 12,95 \text{ m}$ berechnet.

Die Druckverluste in der gesamten Kanallänge der Kühlung ergeben sich aus

$$\Delta p = \xi \frac{l}{d_h} \frac{\rho v_m^2}{2}.$$

Dabei bedeuten:

- ξ = Widerstandsbeiwert der Strömung,
- $\xi = 0,037$,
- l = gesamte Kanallänge,
- $l = 12,95 \text{ m}$,
- ρ = Wasserdichte,
- $\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$,
- v_m = mittlere Wassergeschwindigkeit,
- $v_m = 2,6 \text{ m/s}$,
- d_h = hydraulischer Durchmesser,
- $d_h = 3,7 \text{ mm}$.

Sie wurden zu $\Delta p = 4,37 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2$ bzw. $4,37 \text{ bar}$ berechnet. Diese Druckverluste können den gesamten Verlusten in der Kühlung gleichgesetzt werden, da die Druckverluste im Ein- und Auslauf aufgrund der tagentialen Anordnung unwesentlich klein sind. Die berechneten Druckverluste der Kühlung I von $\Delta p = 4,37 \text{ bar}$ für einen Wasservolumenstrom von $7,8 \text{ lit/min}$ sind etwas kleiner als der normale Wasserleitungsdruck ($p \approx 5 \text{ bar}$).

Eine Reduzierung der Druckverluste in der Kühlung kann durch eine Verminderung des Wasservolumenstroms, die allerdings eine Erhöhung der Wassertemperatur zur Folge haben wird, erfolgen. Zur Abfuhr der Wärmeverlustleistung von $\dot{Q} = 2744 \text{ W}$ ist bei einer Temperaturerhöhung des Kühlwassers von $\Delta T = 7 \text{ K}$ ein Wasservolumenstrom von $\dot{V} = 0,094 \text{ lit/sec}$ bzw. $\dot{V} = 5,64 \text{ lit/min}$ erforderlich. Dadurch erwärmt sich das Kühlwasser (Eintrittstemperatur von 15°C) auf eine Temperatur von ca. 22°C ,

die unter der oberen optimalen Betriebstemperatur der Regelungselemente der magnetischen Lagerung von 25 °C liegt. Nach dem gleichen Berechnungsweg ergeben sich dann die Druckverluste in der Kühlung zu $\Delta p = 2,47 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2$ bzw. 2,47 bar. Dafür ist der normale Wasserleitungsdruck ausreichend. Maßnahmen zur Förderung des Kühlwassers sind nicht erforderlich.

4.4.3.3. Festigkeitsberechnung

Von der Gruppe Auslegung der ZAT des Forschungszentrums Jülich wurde eine Festigkeitsberechnung für die Kühlung durchgeführt. Es wurden die Spannungen und die Verformungen im Kühlmantel mittels einer Finite-Elemente-Analyse berechnet.

In Abb. 4.12 wird ein Abschnitt des Kühlmantels als Computermodell dargestellt. Das Modell wurde aus dreidimensionalen Elementen erstellt. Es beinhaltet die gewindeförmige Steigung der originalen Kühlkanäle.

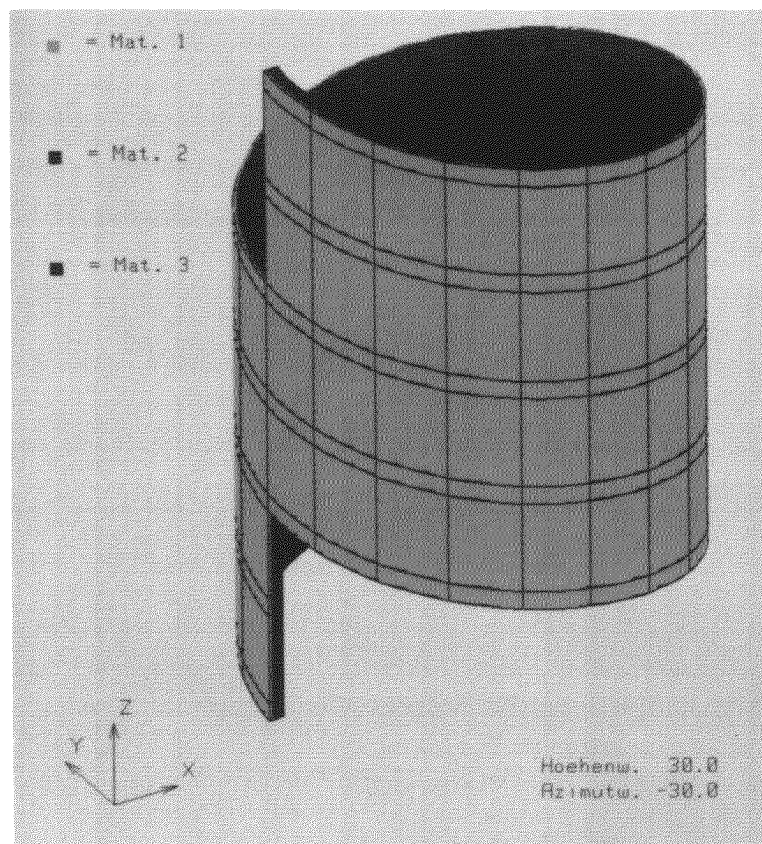


Abb. 4.12: Abschnitt des Kühlmantels (H. Wyrwich 1989).

Für die Berechnung genügt die Nachbildung eines Kühlkanals über den Winkelbereich von 90°, s. Abb. 4.13. Aus Symmetriegründen sind die Knotenpunkte in den Schnittflächen senkrecht zur Fläche festgehalten. Der Kanalquerschnitt beträgt 25 ×

2 mm. Die Wanddicken innen und außen sind jeweils 1 mm. Der Steg zwischen den Kanälen ist 5 mm hoch.

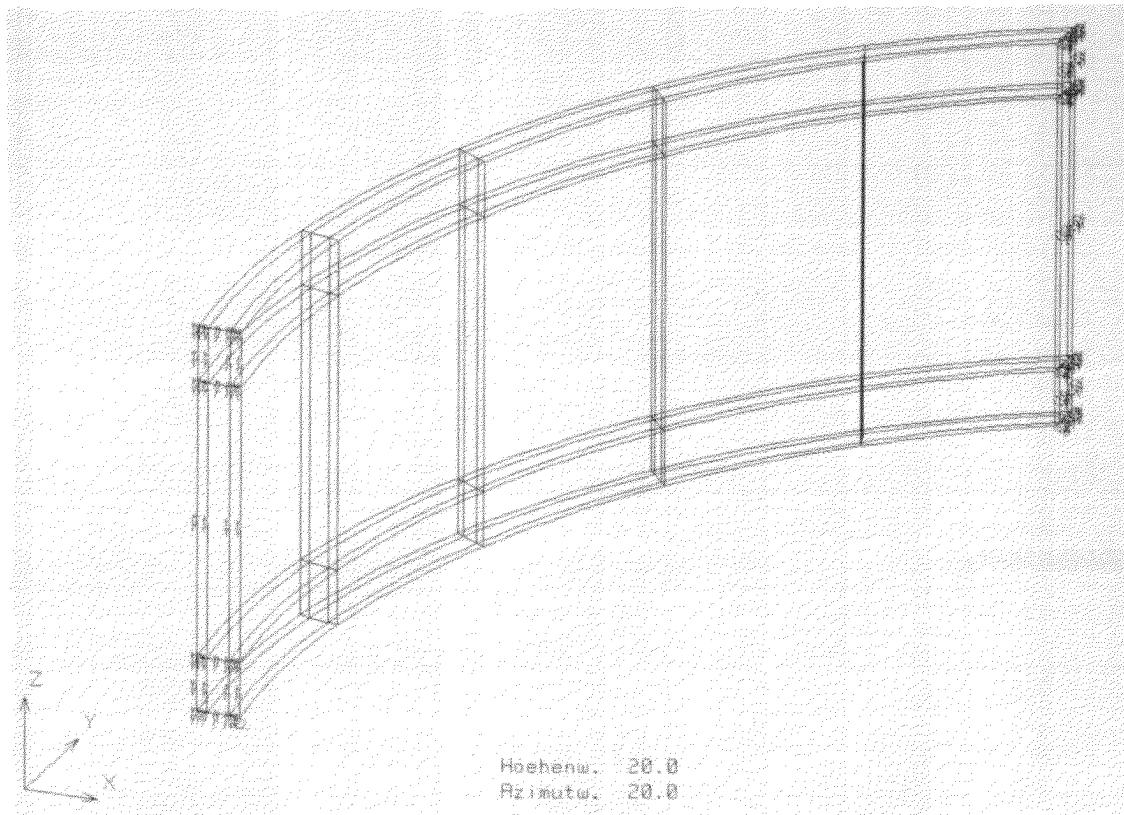
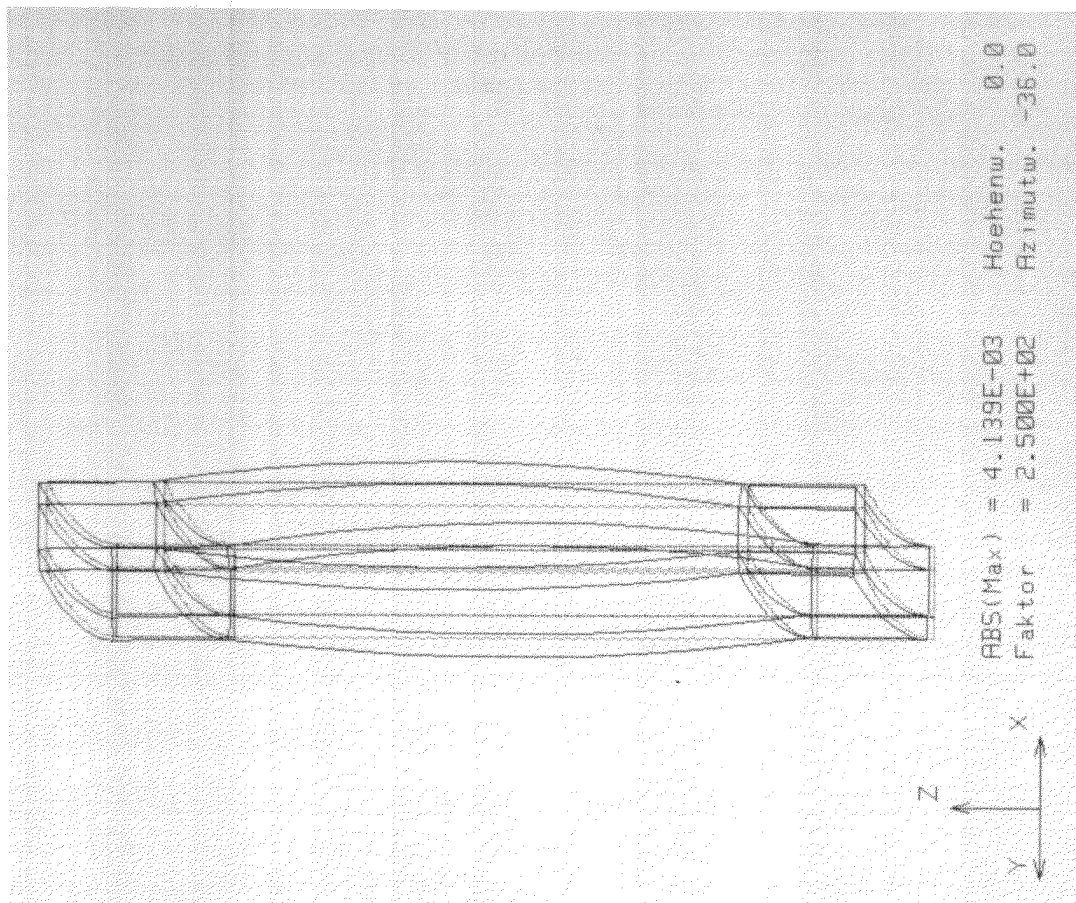
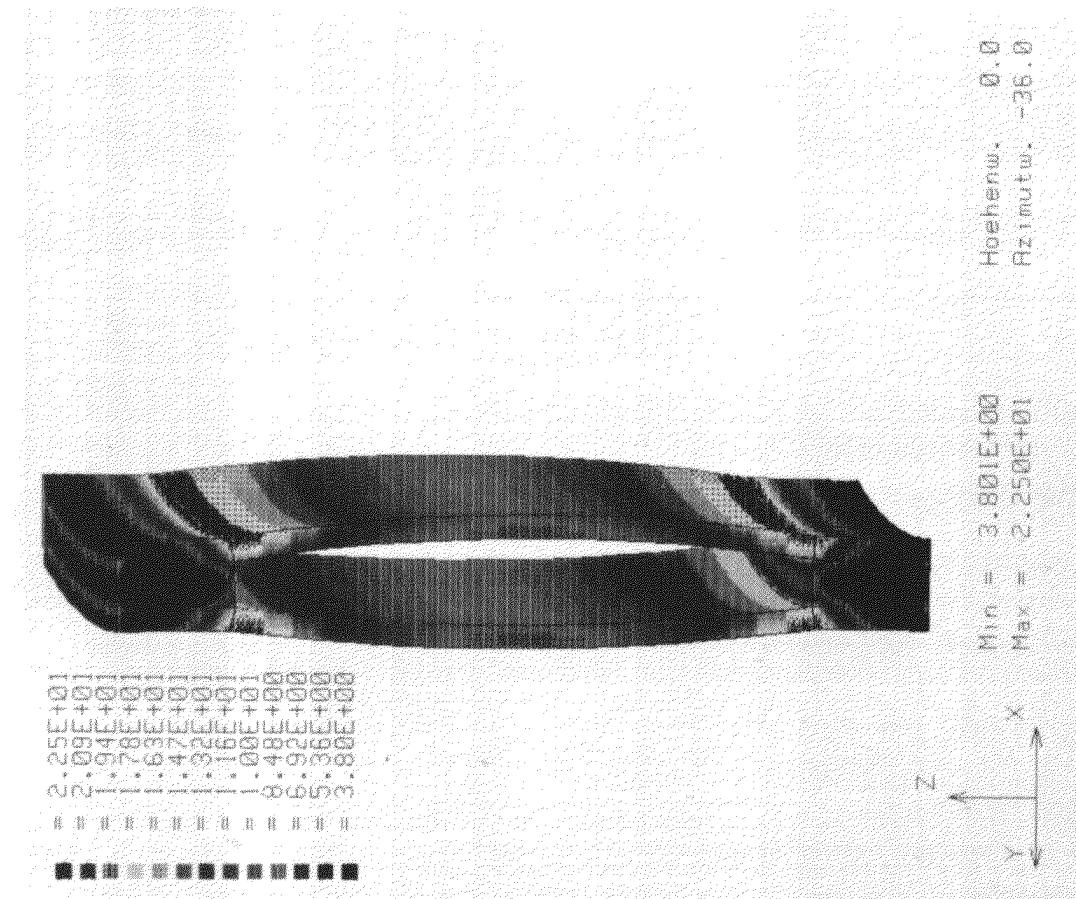


Abb. 4.13: Kühlkanal über den Winkelbereich von 90° (H. Wyrwich 1989).

Die Kühlung wird aus Edelstahl (1.4541) gebaut. Die Materialwerte sind:

Elastizitätsmodul	$E = 2 \cdot 10^5 \text{ N/mm}^2$
Querkontraktionszahl	$\nu = 0,3$
Streckgrenze	$\sigma_{0,2} = 195 \text{ N/mm}^2$.

Die Berechnung wurde für einen Innendruck in der Kühlung von 5 bar ausgeführt. Es sind die Vergleichsspannungen nach Mises aufgeführt. Die maximale Spannung beträgt $\sigma_{\max} = 22,5 \text{ N/mm}^2$. Der Sicherheitsfaktor im Vergleich zu $\sigma_{0,2}$ beträgt 8,7. Der Verlauf der berechneten Vergleichsspannungen im Kühlkanal wird in Abb 4.14 dargestellt. Die dadurch hervorgerufene maximale Verformung der Kanalwände ist 0,026 mm. Sie wird in Abb. 4.15 mit 250-facher Vergrößerung dargestellt (H. Wyrwich 1989).



4.4.4. Kühlung II

4.4.4.1. Beschreibung

Aufgrund der aufwendigen Fertigung der Version I wurde alternativ eine zweite einfachere Kühlung gebaut. Die Kühlung nach Version II, s. Abb. 4.16, besteht hauptsächlich aus zwei Edelstahlrohren (1.4541), die auf ihre Magnetisierbarkeit überprüft wurden. Die Permeabilität lag bei $\mu = 1,01$ bis $1,03$.

Das Innenrohr hat einen Außendurchmesser von 111 mm, einen Innendurchmesser von 109 mm und eine Länge von 1060 mm. Die Mantelfläche dieses Rohres wird durch acht am Umfang gleich verteilte Blechstreifen in acht axiale Kanäle aufgeteilt. Die Blechstreifen haben eine Breite von 4 mm und eine Dicke von 2 mm. Sie werden an der Mantelfläche des Innenrohres punktuell geschweißt.

Das äußere Rohr der Kühlung hat einen Außendurchmesser von 117 mm, einen Innendurchmesser von 115 mm und eine Länge von 1010 mm.

Zum Zusammensetzen der beiden Rohre wird das Innenrohr durch das Außenrohr durchgeführt. Aufgrund der geringeren Kontaktfläche zwischen den Kanaltrennstegen (Blechstreifen) und dem Außenrohr im Vergleich zur Version I ist kein Erwärmen bzw. Abkühlen der beiden Rohre vor dem Zusammensetzen erforderlich. Bei eventuell auftretenden Schwierigkeiten muß höchstens das Außenrohr vor dem Zusammensetzen erwärmt werden.

Die Kühlkanäle haben eine mittlere Breite von 40,4 mm, eine Tiefe von 2 mm und eine Länge von 995 mm. Der Querschnitt eines Kanals ergibt sich aus der Beziehung

$$A_{\text{Kanal}} = (R_2^2 - R_1^2) \frac{\varphi \cdot \pi}{360^\circ},$$

wobei

R_1 = Innenradius des Kanals,
 $R_1 = 55,5$ mm,
 R_2 = Außenradius des Kanals,
 $R_2 = 57,5$ mm,
 φ = Winkelanteil eines Kanals,
 $\varphi = 41^\circ$,

sind. Er errechnet sich zu $A = 80,7$ mm².

Am oberen Ende der Kühlung wird ein Flansch gleich dem der Version I angebracht. Er wird am oberen Ende der Kühlung mit dem Innen- und dem Außenrohr dicht

verschweißt. Seitlich an dem Flansch werden, in vier um 90° versetzte Bohrungen, vier Rohrstücke als Wassereinläufe angeschweißt. Durch die mehrfachen Einläufe soll eine gleichmäßige Verteilung des Kühlwassers in den Kanälen gewährleistet werden. Dazu werden die Enden der Einlaufrohrstücke, die bis zum Einlaufkanal verlängert werden, mit zwei seitlichen Bohrungen, als Normblenden, versehen, so daß die sprungartige Querschnittsverengung eine Steigerung der Wassergeschwindigkeit beim Verteilen in die Kühlkanäle bewirkt. Außerdem werden seitlich an dem Flansch drei Flachstähle zum Haltern des gesamten Systems angeschweißt.

Am unteren Ende der Kühlung bildet sich nach den Trennstegenden der Auslaufkanal. Zum Wasserauslauf wird das äußere Rohr mit zwei um 180° versetzte Bohrungen versehen.

Zum Abdichten und zum Anschluß der beiden Auslauföffnungen werden seitlich an das Außenrohr zwei kleine Flansche eingesetzt. Da diese Flansche beim Durchführen der Kühlung durch den Stator während der Montage des Systems demontiert werden müssen, werden sie durch einfach lösbare Schellen an dem Außenrohr gehalten.

Außerdem wird stirnseitig am unteren Ende der Kühlung der Ring zum Haltern der Domheizung angebracht.

Innen- und Außenrohr werden am unteren Ende dicht miteinander verschweißt.

4.4.4.2. Druckverluste in der Kühlung

Die experimentelle Untersuchung der Wasserverteilung in der Kühlung hat gezeigt, daß eine gleichmäßige Verteilung des Kühlwassers in der gesamten Kühlung einen gesamten Volumenstrom von 12 lit/min erfordert.

Zur Berechnung der Druckverluste entlang der Kühlkanäle wird angenommen, daß dieser Volumenstrom in die acht Kanäle gleichmäßig verteilt wird. Dadurch ergibt sich ein relativ geringer Volumenstrom von $\dot{V}_K = 0,025$ lit/s pro Kanal.

Die mittlere Wassergeschwindigkeit durch die Kühlkanäle beträgt dann $v_K = 0,309$ m/s.

Die Reynolds-Zahl errechnet sich zu $Re = 1173$. Es handelt sich um eine laminare Strömung. Die Druckverluste entlang der Kühlkanäle sind dementsprechend gering. Sie errechnen sich zu $\Delta p_K = 9,5 \cdot 10^{-3}$ bar.

Dazu sollten die Druckverluste in den vier Einläufen der Kühlung berechnet werden.

Die Druckverluste aufgrund der sprungartigen Querschnittsverengung am Ende der Einlaufrohrstücke (von $A_1 = 78,53$ mm² zu $A_2 = 7$ mm²) errechnen sich aus

$$\Delta p_{\text{Ein}_1} = \zeta \frac{\rho}{2} v^2,$$

mit ζ = Widerstandsbeiwert aufgrund der Verengung (Normblende),
 ζ = 250,
 ρ = Wasserdichte,
 ρ = 1000 Kg/m³,
 v = Wassergeschwindigkeit im Einlaufrohrstück,
 v = 0,64 m/s,
 zu Δp_{Ein_1} = 0,51 bar.

Die Druckverluste aufgrund der Verzweigung in die zwei seitlichen Bohrungen am Ende der Einlaufrohrstücke errechnen sich aus

$$\Delta p_{\text{Ein}_2} = \zeta \frac{\rho}{2} v^2,$$

mit ζ = Widerstandsbeiwert aufgrund der Verzweigung (T-Stück),
 ζ = 1,3,
 ρ = Wasserdichte,
 ρ = 1000 Kg/m³,
 v = Wassergeschwindigkeit im Einlaufrohrstück,
 v = 0,64 m/s,
 zu Δp_{Ein_2} = 0,00266 bar.

Die Druckverluste aufgrund der plötzlichen Erweiterung des Querschnitts im Kühlkanal errechnen sich aus

$$\Delta p_{\text{Ein}_3} = \zeta \frac{\rho}{2} v^2,$$

mit ζ = Widerstandsbeiwert aufgrund der Erweiterung,
 ζ = 109,
 ρ = Wasserdichte,
 ρ = 1000 Kg/m³,
 v = Wassergeschwindigkeit im Kühlkanal,
 v = 0,309 m/s,
 zu Δp_{Ein_3} = 0,052 bar.

Die Druckverluste im Wasserauslauf der Kühlung wurden zu unwesentlich kleinen Werten berechnet.

Die gesamten Druckverluste in der Kühlung ergeben sich aus der Summe der Teilverluste

$$\Delta p_{\text{ges}} = \Delta p_K + \Delta p_{\text{PEIN}_1} + \Delta p_{\text{PEIN}_2} + \Delta p_{\text{PEIN}_3}$$

zu $\Delta p_{\text{ges}} = 0,57 \text{ bar.}$

Die berechneten Gesamtdruckverluste bilden nur 11,4 % des normalen Wasserleitungsdrucks. Maßnahmen zur Förderung des Kühlwassers sind nicht erforderlich.

4.4.4.3. Festigkeitsberechnung

Zur Festigkeitsberechnung wurde die Kühlung als Druckbehälter betrachtet.

Das Außenrohr wurde als eine Zylinderschale unter innerem Überdruck $p = 5 \text{ bar}$ berechnet. Die erforderliche Wanddicke von Zylinderschalen unter innerem Überdruck ergibt sich nach AD-Merkblatt B1 aus der Beziehung

$$s = \frac{D_a \cdot p}{20 \frac{K}{S} v + p} + c_1 + c_2.$$

Dabei bedeuten:

D_a = Außendurchmesser der Zylinderschale bzw. des Außenrohres,

D_a = 117 mm,

p = Prüf- bzw. Berechnungsdruck,

p = 5 bar,

K = Festigkeitskennwert bei Berechnungstemperatur,

K = $\sigma_{0,2} = 195 \text{ N/mm}^2$ (1.4541 bei 20 °C),

S = Sicherheitsbeiwert,

S = 1,5,

v = Faktor zur Berücksichtigung der Ausnutzung der zulässigen Berechnungsspannung in Schweißnähten,

v = 1,0,

c_1 = Zuschlag zur Berücksichtigung der Wanddickenüberschreitung, bei austenitischen Stählen,

c_1 = 0,

c_2 = Abnutzungszuschlag, bei austenitischen Stählen,

c_2 = 0.

Die erforderliche Wanddicke wurde zu $s = 0,22 \text{ mm}$ berechnet. Die Wanddicke des Außenrohres mit 1 mm ist um Faktor 4,5 größer als die berechnete erforderliche Wanddicke.

Das Innenrohr mit einer Wanddicke von 1 mm wurde als Zylinderschale unter äußerem Überdruck berechnet.

Unter äußerem Überdruck bildet sich die gleiche mittlere Vergleichsspannung $\bar{\sigma}_{v, sch}$ aus wie bei der Innendruckbelastung. Zusätzlich ist jedoch nachzuprüfen, ob Einbeulen auftreten kann. Hierbei sind zwei Fälle zu unterscheiden:

- elastisches Einbeulen und
- plastisches Verformen.

Bei elastischem Einbeulen kann das dünnwandige Rohr durch den Außendruck eingeknickt werden, ohne daß die Streckgrenze des Werkstoffs überschritten wird. Bei plastischem Verformen kann bei einer vorhandenen Unrundheit ein dickwandiges Rohr durch den Außendruck über die Streckgrenze beansprucht und dadurch verformt werden.

Es ist daher für das dünnwandige Innenrohr die Berechnung gegen elastisches Einbeulen und gegen plastisches Verformen durchzuführen. Der errechnete kleinste Wert für den zulässigen Betriebsüberdruck p_{zul} ist maßgebend.

Nach AD-Merkblatt B6 ergibt sich der zulässige Betriebsüberdruck gegen elastisches Einbeulen aus der Formel

$$p_{el, zul} = \frac{E}{S_K} \left\{ \frac{20}{(n^2 - 1) \left[1 + \left(\frac{n}{Z} \right)^2 \right]^2} \frac{s_e - c_1 - c_2}{D_a} + \frac{80}{12(n - \nu^2)} \right. \\ \left. \left[n^2 - 1 + \frac{2n^2 - 1 - \nu}{1 - \left(\frac{n}{Z} \right)^2} \right] \cdot \left[\frac{s_e - c_1 - c_2}{D_a} \right]^3 \right\}.$$

Dabei sind:

- E = Elastizitätsmodul bei Berechnungstemperatur,
- E = $2,0 \cdot 10^5 \text{ N/mm}^2$ (1.4541 bei 20 °C),
- S_K = Sicherheitsbeiwert gegen elastisches Einbeulen,
- S_K = 3,
- Z = Hilfswert, er wurde nach AD-Merblatt B6 unter Berücksichtigung der Rohrlänge $l = 1 \text{ m}$ zu $Z = 0,16$ errechnet,
- Z = 0,16,

- n = Anzahl der möglichen auftretenden Einbeulwellen, sie wurden unter Berücksichtigung der Rohrlänge $l = 1 \text{ m}$ zu $n = 1,71$ errechnet und in der Formel nach AD-Merkblatt B6 $n = 2$ angesetzt,
 n = 2,
 c_1 und c_2 = Zuschläge der Wanddicke, bei austenitischen Stählen,
 $c_1 = c_2$ = 0,
 D_a = Außendurchmesser der Zylinderschale bzw. des Innenrohres,
 D_a = 111 mm,
 ν = Querkontraktionszahl,
 ν = 0,3.

Der zulässige Betriebsüberdruck gegen elastisches Einbeulen wurde zu $p_{el,zul} = 1,23 \text{ bar}$ berechnet. Dieser Wert ist um einen Faktor von 2,16 größer im Vergleich zum erforderlichen Betriebsüberdruck zur Überwindung der Druckverluste in der Kühlung $\Delta p = 0,57 \text{ bar}$.

Der kritische Betriebsüberdruck gegen elastisches Einbeulen beträgt

$$p_{el,krit} = p_{el,zul} \cdot S_K = 3,69 \text{ bar}.$$

Nach AD-Merkblatt B6 ergibt sich der zulässige Betriebsüberdruck gegen plastisches Verformen aus der Formel

$$p_{pl,zul} = \frac{20 K}{S} \cdot \frac{s_e - c_1 - c_2}{D_a} \cdot \frac{1}{1 + \frac{1,5u \left(1 - 0,2 \frac{D_a}{1}\right) \cdot D_a}{100 (s_e - c_1 - c_2)}}.$$

Dabei sind:

- K = Festigkeitskennwert bei Berechnungstemperatur,
 K = $\sigma_{0,2} = 195 \text{ N/mm}^2$ (1.4541),
 S = Sicherheitsbeiwert gegen plastisches Verformen,
 S = 1,6,
 s_e = ausgeführte Wanddicke,
 s_e = 1 mm,
 c_1 und c_2 = Zuschläge der Wanddicke, bei austenitischen Stählen,
 $c_1 = c_2$ = 0,
 D_a = Außendurchmesser der Zylinderschale bzw. des Innenrohres,
 D_a = 111 mm,
 u = Unrundheit, es wurde $u = 1,5 \%$ angenommen,
 u = 1,5 %.

Der zulässige Betriebsüberdruck gegen plastisches Verformen wurde zu $p_{pl,zul} = 6,37$ bar berechnet.

Da $p_{pl,zul} > p_{el,zul}$, ist der elastische Einbeuldruck für die Ausführung des Innenrohres der Kühlung maßgebend.

4.4.5. Halte- und Justiervorrichtung des Heiz- und Kühlsystems des Domes

4.4.5.1. Aufbau und Funktion

Zum Haltern und Justieren des Heiz- und Kühlsystems des Domes wurde eine spezielle Vorrichtung gebaut. Diese Vorrichtung wird am oberen Arbeitskopf der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen, s. Zusammenstellung der HWC-Quarzglasapparatur in Abb. 3.2. Dadurch wird das Mitschleppen der Halterung bzw. des gesamten Systems durch den Arbeitskopf zur eventuellen Verstellung der Bauhöhe der Apparatur ermöglicht, ohne daß die Halterung demontiert wird.

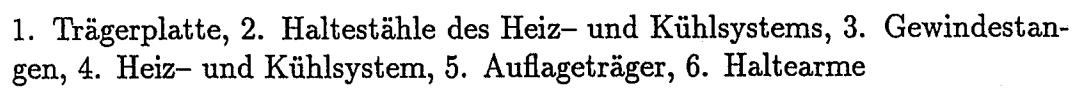
Das zusammengesetzte Heiz- und Kühlsystem wird durch eine Art von hängender Lagerung an die Trägerplatte (1) der Halterung angeschlossen, s. Abb. 4.17. Die Trägerplatte wird in der Mitte mit einer Bohrung zur Durchführung des Rezipienten und des Systems versehen, da die Halterung ständig an der vertikalen Glasdrehmaschine installiert bleibt. Um eine Montage bzw. Demontage der Platte bei eingespanntem Rezipient zu ermöglichen, wird sie in der Mitte in zwei Teile getrennt.

In drei Punkten der Trägerplatte, die durch die drei Haltestähle (2) der Kühlung vorgegeben werden, werden drei nach oben gerichtete Gewindestangen (3) eingebracht. Nach der Durchführung des Heiz- und Kühlsystems (4) durch den Spalt zwischen Stator und Rezipient werden die Flachstähle der Kühlung durch Schraubenmutterpaare an die Gewindestangen befestigt.

Die Gewindestangen (3), die 50 mm lang sind, ermöglichen eine Höhenverstellung der Dreipunktlagerung des Systems. Dadurch kann das System in axialer Richtung verschoben werden bzw. der Neigungswinkel der Mittelachse des Systems zur Rezipient- bzw. Statorachse variiert werden.

Zur Verschiebung des Systems in der horizontalen Ebene senkrecht zur Mittelachse werden die Bohrungen der Haltestähle (2) der Kühlung 25 mm lang ausgeführt (Langlöcher).

Die Länge der Gewindestangen und der Langlöcher der Haltestähle, die die Grenzen der verschiedenen Justiermöglichkeiten bestimmen, reichen zur Zentrierung des Systems innerhalb der maximal verfügbaren gesamten Spaltbreite von 4 mm.



Diese Pause unterlegt - nicht - dem Änderungsdienst!

Die Trägerplatte wird an den zwei Auflageträgern (5) verschraubt. Die Auflageträger verbinden die Trägerplatte mit der Anschlußstelle der Halterung. Die Form der Auflageträger wird dem Verlauf der wirkenden Biegemomente angepaßt. Stirnseitig an den stärkeren Enden der beiden Auflageträger wird jeweils ein 30 mm dicker Haltearm (6) verschraubt. Die Haltearme werden jeweils durch zwei M12-Schrauben an dem oberen Arbeitskopf der vertikalen Glasdrehmaschine angeschlossen.

4.4.5.2. Konstruktion

Die Halterung wurde aus AlMg₃ (3.3535.08) gebaut hauptsächlich wegen des geringeren Gewichtes im Vergleich zum Stahl. Außerdem besteht für die Halterung nicht die Notwendigkeit der Verwendung eines hochtemperaturbeständigen Werkstoffes. Sie wird nicht thermisch belastet, da sie außerhalb der inneren Sicherheitskapsel bei Raumtemperatur liegt.

Die geringeren Festigkeitswerte des AlMg₃ im Vergleich zum Stahl können durch die größer ausgeführten Querschnitte, die in der Berechnung in Form von Trägheits- und Widerstandsmomenten erscheinen, ausgeglichen werden.

Die Halterung wird durch das Eigengewicht (ca. 24 Kg) und das Gewicht des Heiz- und Kühlsystems (ca. 22,5 Kg) hauptsächlich auf Biegung beansprucht. Die erzeugten Biegemomente wachsen durch den langen Hebelarm der Auflageträger. Die maximale Biegespannung wirkt auf die Haltearme. Sie wurde zu $\sigma_{b\max} = 16,55 \text{ N/mm}^2$ berechnet. Der Sicherheitsfaktor im Vergleich zu $\sigma_{bD/bZ\text{zul}} = 50 \text{ N/mm}^2$ beträgt 3. Die maximale Durchbiegung der Halterung wurde zu $f_{\max} = 0,17 \text{ mm}$ berechnet.

4.5. Stromversorgung der Domheizung

Für die Domheizung wurde eine serienmäßige Gleichstromversorgung des Typs TN 100-5000 2p von der Fa. Heinzinger in Rosenheim besorgt. Die maximale Ausgangsspannung dieses Gerätes beträgt 100 V. Die maximale Ausgangsleistung 5 KW.

Die Domheizung soll mit Gleichstrom betrieben werden, um die durch den im Heizleiter fließenden Strom erzeugten Magnetfelder möglichst konstant zu halten. Dadurch sollen Störungen an den Magnetfeldern der magnetischen Lagerung vermieden werden.

Die Stromversorgung besteht aus zwei getrennten, jedoch zusammenwirkenden Regelkreisen, einer thyristorgesteuerten Spannungsquelle und einer Transistor-Serienstabilisierung. Die thyristorgesteuerte Quelle liefert am Ladekondensator eine Spannung, die um einen festen Betrag höher ist als die Ausgangsspannung. Diese Differenz wird am Serientransistor zur Ausregelung der Restwelligkeit benutzt. Es wird ein stabilisierter, geglätteter Gleichstrom geliefert:

Regelzeit der Spannung (Leerlauf-Vollast):	50 μ sec auf 1×10^{-3} vom Endwert
Stabilität der Spannung (unter konstanten Bedingungen):	$\pm 2 \times 10^{-4}$ vom Endwert über 8 h
Restwelligkeit der Spannung:	$< 1 \times 10^{-4}$ vom Endwert eff. (max. 3×10^{-4} ss)
Stabilität des Stromes (unter konstanten Bedingungen):	$\pm 2 \times 10^{-4}$ vom Endwert über 8 h
Restwelligkeit des Stromes:	$< 5 \times 10^{-4}$ vom Endwert eff. (max. 1×10^{-3} ss)

(Heinzinger 1989).

Aus der maximalen Ausgangsspannung der eingesetzten Stromversorgung errechnet sich die maximale an die Domheizung gelieferte Leistung zu

$$P_{el,max} = \frac{U_{max}^2}{R_{ges}} = 3846 \text{ W},$$

mit $R_{ges} = 2,6 \Omega$, als gesamter Widerstand der Heizleiter. Diese Leistung ist um einen Faktor von 1,91 größer als die in Kap. 4.3.2. berechnete Wärmeverlustleistung des Systems $\dot{Q} = 2010 \text{ W}$ und um einen Faktor von 1,40 größer als die im Kap. 4.4.2.2. berechnete Wärmeverlustleistung $\dot{Q} = 2744$ (kleinere Isolierplatte, die bei der Auslegung der Stromversorgung zugrunde gelegt wurde).

4.6. Test des erstellten Heiz- und Kühlsystems

4.6.1. Versuchsprogramm

Die Funktionsfähigkeit des erstellten Heiz- und Kühlsystems, das nach den gegebenen Abmessungen gebaut wurde, sollte vor dem Einsatz in der HWC-Apparatur festgestellt werden. Zuerst ist zu untersuchen, ob das System die gestellten thermischen Anforderungen erfüllt:

- Betriebstemperatur der Domheizung zwischen 700 und 750 °C.
- Aufnehmen der radialen Wärmeverluste, die über die Isolation an die Kühlung übertragen werden, ohne daß das Kühlwasser über die gesamte Kühlung eine Temperatur von 25 °C überschreitet.

Zusätzlich sollten folgende Betriebsparameter des Systems ermittelt werden.

- a) Die erforderliche elektrische Leistung zum Aufrechterhalten der Betriebstemperatur in der Domheizung in stationärem Zustand. Diese Leistung sollte mit der maximal einzubringenden Leistung der Stromversorgung verglichen werden.
- b) Druckverluste in den zwei Kühlungen (I, II).

Mittels der Versuchsergebnisse sollte die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Ringspalt zwischen Heizung und Kühlung ermittelt werden. In dem Spalt wurde aufgrund der vorhandenen Toleranzen in der Dicke eine Isolierplatte, deren Dicke kleiner als die verfügbare Spaltbreite ist, eingesetzt. Dies hat die Bildung von unerfaßbaren Hohlräumen zur Folge, die die rechnerische Ermittlung der mittleren Wärmeleitfähigkeit über den gesamten Spalt verhindern.

Zur Untersuchung des thermischen Verhaltens des Systems ist eine geeignete Versuchsanordnung erforderlich.

Darüberhinaus sollte das System in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung getestet werden. Dabei kann neben dem thermischen Verhalten insbesondere der Einfluß der Materialien des Systems und des in der Heizung fließenden elektrischen Stromes auf der magnetischen Lagerung überprüft werden. Dieser Test muß in der vertikalen Glasdrehmaschine durchgeführt werden, damit auch die Montage bzw. Demontage des Systems unter realen Bedingungen erprobt wird.

4.6.2. Untersuchung des thermischen Verhaltens des Systems

4.6.2.1. Versuchsanordnung

Die Versuchsanordnung zur Untersuchung des thermischen Verhaltens des Systems wird in Abb. 4.18 schematisch dargestellt.

Das Heiz- und Kühlsystem wird durch ein Gestell in der vertikalen Lage gehalten.

Innerhalb des Heizrohres wurde ein Glaskolben mit einem Durchmesser von 90 mm, gleich dem Durchmesser des Rezipient-Rohrteils im Dombereich, eingesetzt. Dadurch sollte ein real ähnlicher Zustand im Inneren des Heizrohres geschaffen werden. Außerdem wird durch den geschlossenen Glaskolben eine Luftkonvektion im Inneren des Heizrohres vermindert, die die thermischen Verhältnisse stark verändern könnte. Durch ein Röhrchen im Deckel des Glaskolbens wurden drei Thermoelemente durchgeführt und in drei verschiedene Höhen innerhalb des Glaskolbens positioniert.

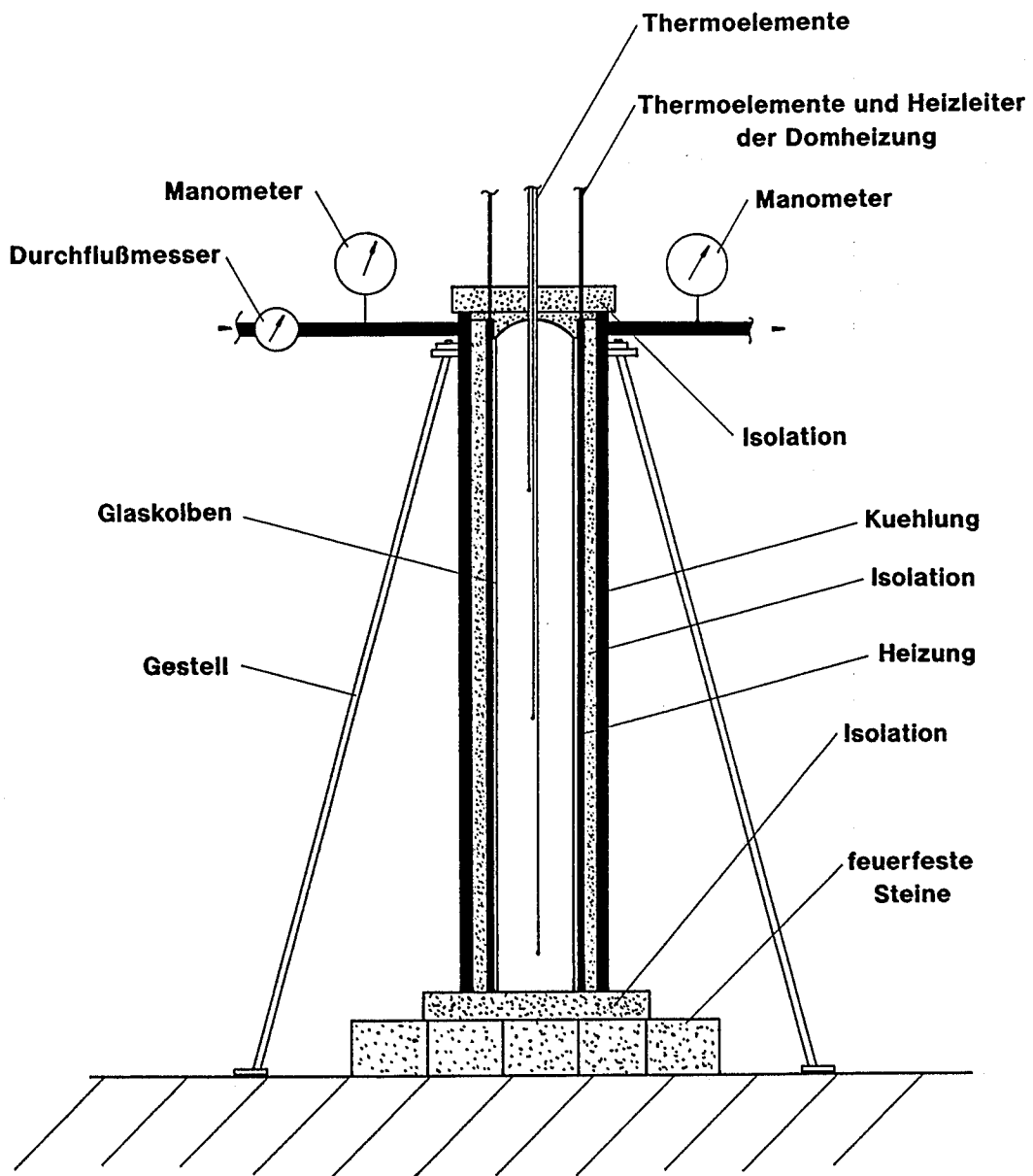


Abb. 4.18: Versuchsanordnung zur Untersuchung des thermischen Verhaltens des Heiz- und Kühlsystems.

Um die axialen Wärmeverluste des Systems möglichst klein zu halten, wurden am Deckel und Boden des Systems mehrere Lagen aus Hochtemperatur-Isolationsmaterialien eingebracht.

Die Temperaturmessung im Heizrohr erfolgt durch die an der Mantelfläche des Heizrohres fixierten Thermoelemente. Die insgesamt acht Thermoelemente des Heizrohres sind paarweise, um 180° versetzt, in vier verschiedenen Höhen angeordnet. Zur Erfassung der gemessenen Temperaturen wurden die Thermoelemente an einem Mehrkanalschreiber angeschlossen.

Die Temperatur am Kühlmantel wurde mit einem Temperaturfühler gemessen. Um den Druckabfall in der Kühlung zu messen, wurden zwei Manometer in die Wasserleitung vor und hinter der Kühlung installiert. Zur Ermittlung des Kühlwasserstroms wurde ein Durchflußmesser vor der Kühlung installiert.

Die Domheizung wurde an die Gleichstromversorgung der Fa. Heinzinger angeschlossen.

4.6.2.2. Versuchsdurchführung und -ergebnisse

Insgesamt wurden vier Aufheizversuche durchgeführt. Bei den ersten drei Versuchen wurde die Kühlung nach der Version I und beim letzten Versuch die Kühlung nach Version II eingesetzt.

Bei dem ersten Versuch wurde in die Domheizung zum Aufheizen auf Betriebstemperatur eine elektrische Leistung von 2,7 KW, die gleich der berechneten Leistung zum Aufrechterhalten einer Temperatur von 720°C in der Domheizung ist, eingespeist. Nach dem Erreichen des stationären Zustandes wurden in der Heizung Temperaturen zwischen 697 und 757°C gemessen. Das erreichte Temperaturfeld in der Heizung und im Glaskolben war nicht homogen. Die niedrigste Temperatur trat am oberen Ende der Heizung auf. Sie war um $\Delta T = 60\text{ K}$ kleiner als die höchste Temperatur in der Heizung. Die mittlere Temperatur in der Heizung lag bei ca. $T_m = 730^\circ\text{C}$.

Bei den nächsten drei Versuchen wurde die Domheizung mit der gleichen elektrischen Leistung von ca. 2,7 KW beaufschlagt. Bei dieser Leistung stellte sich der stationäre Zustand in der Heizung nach ca. 100 Minuten ein. Die 700°C wurden in der Heizung schon innerhalb von 70 Minuten überschritten. Im stationären Zustand wurden bei den drei Versuchen in gleichen Positionen der Domheizung ungefähr gleiche Temperaturen mit einer maximalen Abweichung von $\pm 2\text{ K}$ erreicht.

Zur Ermittlung der eingespeisten elektrischen Leistung wurden die elektrische Spannung und der Strom an der gemeinsamen Anschlußstelle der fünf parallel geschalteten Heizleiter der Domheizung gemessen. Sie betrugen $U = 85\text{ V}$ und $I = 32\text{ A}$.

Bei den ersten drei Versuchen wurde in der Kühlung (Version I) ein Wasservolumenstrom von $\dot{V} = 6\text{ lit/min}$ eingestellt. Mit dem Temperaturfühler wurde mehrmals die Temperatur in verschiedenen Stellen des Kühlmantels gemessen. Die Temperatur

nahm entlang des bifilaren Kühlkanals, abwärts im Hinstrom und aufwärts im Rückstrom, bis zum Auslauf am oberen Ende der Kühlung zu. Die maximale Temperatur im Kühlmantel lag bei 22,4 °C. In der Kühlung wurde ein Druckabfall von $\Delta p = 2,7$ bar gemessen.

Im letzten Versuch wurde die Kühlung nach der Version II und eine neue Isolationsplatte mit einer mittleren Dicke von 3,5 mm eingesetzt. Die elektrische Einspeiseleistung der Domheizung wurde wie bei den vorher durchgeführten Versuchen bei ca. 2,7 KW eingestellt. Der stationäre Zustand wurde in ca. 100 Minuten erreicht. Dabei lag die mittlere Temperatur in der Heizung bei ca. $T_m = 750$ °C. Die maximale Temperaturdifferenz in der Heizung betrug $\Delta T = 104$ °C. Sie war um den Faktor 2 größer als bei den vorherigen Versuchen.

Der Wasservolumenstrom in der Kühlung II wurde auf $\dot{V} = 12$ lit/min eingestellt. Er ist damit zweimal größer als bei der Kühlung nach der Version I. Diese Verdoppelung des Volumenstroms hat keine Änderung bzw. Zunahme der Wärmeverluste des Systems verursacht. Sie hat aber eine deutliche Reduzierung der Temperatur im Kühlmantel bewirkt. Die maximale Temperatur im Kühlmantel lag bei $T_K = 18$ °C, wobei die Temperatur abwärts in den vertikalen Kanälen zunahm. In der Kühlung wurde ein Druckabfall von $\Delta p = 0,7$ bar gemessen.

Bei allen Versuchen wurde nach einer Verweilzeit bei Betriebstemperatur im stationären Zustand die Heizung ausgeschaltet. Im oberen, relativ "kälteren" Teil der Heizung wurde die Temperatur von 653 °C, die der Temperatur der As-Quelle bzw. der stöchiometrischen As-Gleichgewichtstemperatur entspricht, innerhalb von einer Minute unterschritten. In den anderen Stellen der Heizung dauerte es unterschiedlich länger. Die Abkühlphase des Systems auf Raumtemperatur bei laufender Kühlung dauerte um die zwei Stunden.

In den Tabellen 4.2 bis 4.5 werden die wichtigen Ergebnisse der durchgeführten Versuche zur Untersuchung des thermischen Verhaltens des erstellten Heiz- und Kühlsystems dargestellt. Die Temperaturen wurden im stationären Zustand gemessen, wobei die Temperaturen $T_1 - T_4$ den Thermoelementen an der Mantelfläche des Heizrohrs TE_1 (30 mm), TE_2 (363 mm), TE_3 (697 mm) und TE_4 (1030 mm) entsprechen (in Klammern werden jeweils die Abstände der Thermoelemente von der oberen Kante des Heizrohrs angegeben). Die Temperaturen $T_5 - T_7$ entsprechen den Thermoelementen im Glaskolben TE_5 (100 mm), TE_6 (500 mm) und TE_7 (800 mm). In Klammern werden jeweils die Abstände der Thermoelemente vom Deckel des Glaskolbens angegeben.

Heizung: $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$, $U = 85 \text{ V}$, $I = 32 \text{ A}$							
Temperaturen im stationären Zustand in °C	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7
	698	752	732	757	691	763	762
Kühlung I: $\dot{V} = 6 \text{ lit/min}$, $\Delta p = 2,7 \text{ bar}$ $T_{\text{EINLAUF}} = 15,7 \text{ °C}$, $T_{\text{AUSLAUF}} = 22,4 \text{ °C}$							
Temperaturen im Kühlmantel	$T_K \leq T_{\text{AUSLAUF}}$						

Tabelle 4.2: Ergebnisse des 1. Versuchs.

Heizung: $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$, $U = 85 \text{ V}$, $I = 32 \text{ A}$							
Temperaturen im stationären Zustand in °C	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7
	698	752	731	757	690	761	762
Kühlung I: $\dot{V} = 6 \text{ lit/min}$, $\Delta p = 2,7 \text{ bar}$ $T_{\text{EINLAUF}} = 15,3 \text{ °C}$, $T_{\text{AUSLAUF}} = 22,1 \text{ °C}$							
Temperaturen im Kühlmantel	$T_K \leq T_{\text{AUSLAUF}}$						

Tabelle 4.3: Ergebnisse des 2. Versuchs.

Heizung: $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$, $U = 85 \text{ V}$, $I = 32 \text{ A}$							
Temperaturen im stationären Zustand in °C	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7
	697	753	733	757	696	764	761
Kühlung I: $\dot{V} = 6 \text{ lit/min}$, $\Delta p = 2,7 \text{ bar}$ $T_{\text{EINLAUF}} = 15,0 \text{ °C}$, $T_{\text{AUSLAUF}} = 21,7 \text{ °C}$							
Temperaturen im Kühlmantel	$T_K \leq T_{\text{AUSLAUF}}$						

Tabelle 4.4: Ergebnisse des 3. Versuchs.

Heizung: $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$, $U = 85 \text{ V}$, $I = 32 \text{ A}$							
Temperaturen im stationären Zustand in °C	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7
	685	765	789	702	690	771	765
Kühlung II: $\dot{V} = 12 \text{ lit/min}$, $\Delta p = 0,7 \text{ bar}$ $T_{\text{EINLAUF}} = 15,0 \text{ °C}$, $T_{\text{AUSLAUF}} = 18,5 \text{ °C}$							
Temperaturen im Kühlmantel	$T_K \leq T_{\text{AUSLAUF}}$						

Tabelle 4.5: Ergebnisse des 4. Versuchs.

4.6.2.3. Auswertung – Berechnung der mittleren Wärmeleitfähigkeit des Isolierspaltes

In Abb. 4.19 wird das Temperaturprofil der Domheizung nach den Ergebnissen der ersten drei Versuche dargestellt. Die Temperaturprofil-Kurve wurde nach den Mittelwerten der in den vier verschiedenen Meßstellen der Domheizung im stationären Zustand gemessenen Temperaturen gebildet. Aus der Fläche, die sich zwischen der Temperaturprofil-Kurve und der Längsachse bildet, wurde die mittlere Temperatur über die gesamte Länge der Domheizung ermittelt. Sie beträgt $T_m = 734,5 \text{ °C}$. Die Fläche wurde mit dem Planimeter erfaßt.

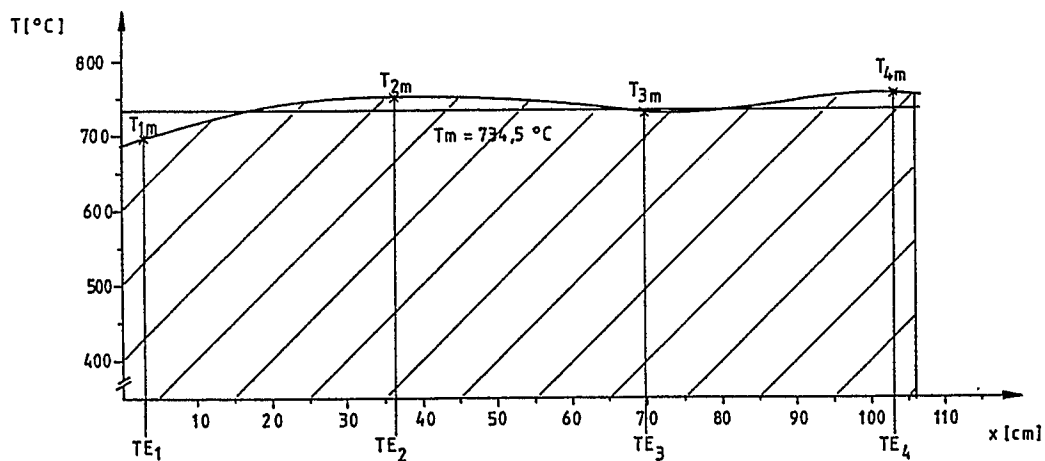


Abb. 4.19: Mittleres Temperaturprofil der Domheizung in den Versuchen 1 – 3.
 $T_{1m} = 698 \text{ °C}$, $T_{2m} = 752 \text{ °C}$, $T_{3m} = 732 \text{ °C}$, $T_{4m} = 757 \text{ °C}$

In Abbildung 4.20 wird nach der gleichen Art das Temperaturprofil der Domheizung im stationären Zustand nach den Ergebnissen des 4. Versuchs dargestellt. Dieser Versuch

wird aufgrund der unterschiedlichen Ergebnisse, die in der neu eingesetzten Isolierplatte und Kühlung (Version II) liegen könnten, getrennt behandelt. Die mittlere Temperatur über die gesamte Länge der Domheizung beträgt $T_m = 753,7 \text{ }^\circ\text{C}$.

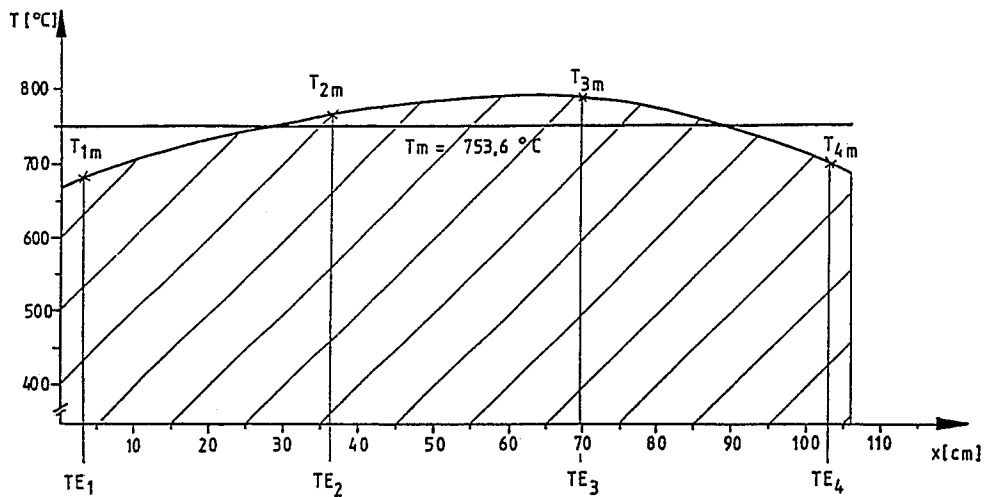


Abb. 4.20: Temperaturprofil der Domheizung im 4. Versuch.

Die erforderliche Leistung $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$ zum Erreichen und Aufrechterhalten des Betriebszustands der Domheizung entspricht ca. 71 % der maximal möglichen Leistung der Stromversorgung $\dot{Q} = 3846 \text{ W}$. Dies bedeutet, daß beim Betriebszustand der Stromversorgung noch Leistungsreserven zur Verfügung stehen.

Aus der experimentell ermittelten Wärmeverlustleistung der Heizung kann die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Ringspaltes zwischen Heizung und Kühlung ermittelt werden. Dabei wurde als radiale Wärmeverlustleistung die erforderliche elektrische Leistung zur Aufrechterhaltung der Betriebstemperatur in der Heizung angesetzt. Gleichzeitig wurde vorausgesetzt, daß die axialen Wärmeverluste der Heizung infolge der ausreichenden Isolation minimal gehalten wurden. Bei der im Deckel und Boden des Systems eingesetzten Isolation können sie unter 10 W betragen.

Die mittlere Wärmeleitfähigkeit wird über den Wärmedurchgangskoeffizienten ermittelt. Er ergibt sich aus der Beziehung zur Ermittlung der Wärmeverlustleistung des Systems

$$\dot{Q} = k_{H_I} \cdot A \cdot \Delta T$$

bzw.

$$k_{H_I} = \frac{\dot{Q}}{A \cdot \Delta T} (1), \quad \text{mit } \dot{Q} = \dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W.}$$

Als Temperaturdifferenz im System wurde die Differenz zwischen der mittleren Temperatur in der Heizung und der mittleren Temperatur in der Kühlung angesetzt bzw.

$$\Delta T = T_{m,H} - \left(\frac{T_{m,EIN} + T_{m,AUS}}{2} \right).$$

Für die ersten drei Versuche (Kühlung I) wurde der Mittelwert der Wassereinlauf- bzw. Wasserauslauftemperaturen gebildet. Sie betragen $T_{m,EIN} = 15,33 \text{ }^{\circ}\text{C}$ und $T_{m,AUS} = 22,06 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Als mittlere Temperatur bei der Heizung wurde $T_{m,H} = 734,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ angesetzt. Dadurch ergibt sich $\Delta T = 715,8 \text{ K}$. Die wärmedurchsetzte Fläche A ist die innere Fläche der Kühlung $A = 3630 \text{ cm}^2$.

Aus (1) ergibt sich ein Wärmedurchgangskoeffizient für das bei den ersten drei Versuchen eingesetzte System von $k_{HI} = 1,047 \cdot 10^{-3} \text{ W/cm}^2\text{K}$.

Die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Ringspaltes ergibt sich aus der Beziehung

$$k_{HI} = \frac{1}{D_a \frac{\ln(D_a/D_i)}{2\lambda_s} + \frac{1}{\alpha_I}}$$

bzw.

$$\lambda_{sI} = \frac{D_a \ln(D_a/D_i)}{2 \left(\frac{1}{k_{HI}} - \frac{1}{\alpha_I} \right)}.$$

Dabei bedeuten,

- D_a = Außendurchmesser des Ringspaltes bzw. innerer Durchmesser der Kühlung,
- $D_a = D_{iK} = 10,9 \text{ cm}$,
- D_i = Innendurchmesser des Ringspaltes bzw. Außendurchmesser des Heizrohres,
- $D_i = D_{aH} = 9,935 \text{ cm}$ (bei $720 \text{ }^{\circ}\text{C}$),
- k_{HI} = Wärmedurchgangskoeffizient,
- $k_{HI} = 1,047 \cdot 10^{-3} \text{ W/cm}^2\text{K}$,
- α_I = Wärmeübergangskoeffizient (bezogen auf die Kühlung I),
- $\alpha_I = 0,81 \text{ W/cm}^2\text{K}$.

Er ergibt sich $\lambda_{sI} = 5,28 \cdot 10^{-4} \text{ W/cmK}$ bzw. $0,0528 \text{ W/mK}$.

Für das bei dem vierten Versuch eingesetzte System wurde die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Ringspaltes zwischen Heizung und Kühlung nach der gleichen Art berechnet.

Der Wärmedurchgangskoeffizient dieses Systems $k_{HI} = 1,017 \cdot 10^{-3} \text{ W/cm}^2\text{K}$ ist kleiner im Vergleich zum ersten Heiz- und Kühlsystem. Dies liegt hauptsächlich in dem geringeren Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{II} = 0,088 \text{ W/cm}^2\text{K}$, aufgrund der Strömungsart des Wassers in der Kühlung II, im Vergleich zum α_I . Es gilt

$$\frac{\alpha_I}{\alpha_{II}} = 9,2.$$

Aus diesem Grund wurde beim vierten Versuch eine höhere Temperatur in der Heizung bei gleicher elektrischer Leistung erreicht, s. Tab. 4.5.

Die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Isolierspalt des zweiten Systems wurde zu $\lambda_{sII} = 5,079 \cdot 10^{-4} \text{ W/cmK}$ bzw. $0,051 \text{ W/mK}$ errechnet.

Die ermittelten Werte bzw. deren Mittelwert

$$\lambda_{s,m} = \frac{\lambda_{sI} + \lambda_{sII}}{2} = 5,18 \cdot 10^{-4} \frac{\text{W}}{\text{cm K}} \quad \text{bzw. } 0,052 \text{ W/mK}$$

können als Richtwert für die mittlere Wärmeleitfähigkeit des Isolierspalt, bei den eingesetzten Isolierplatten mit einer Dicke von 3,5 mm, des erstellten Heiz- und Kühlsystems des Domes eingesetzt werden.

4.6.3. Test des Heiz- und Kühlsystems in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung

4.6.3.1. Versuchsanordnung – Montage des Heiz- und Kühlsystems

Der Test sollte in der vertikalen Glasdrehmaschine durchgeführt werden. Die Versuchsanordnung wird in der Abb. 4.21 dargestellt. Bei diesem Test wurde die Kühlung nach der Version II eingesetzt, da sie nach den Versuchsergebnissen eine stärkere Abkühlung im Vergleich zur Kühlung I bewirkt hat.

Das Rezipient-Oberteil wurde am oberen Spannfutter zentrisch eingespannt. Der Stator wurde nach dem Rezipient-Oberteil justiert. Der Rotor wurde in das Rezipient-Oberteil eingeschoben und durch die magnetischen Felder des Stators in der zentrischen Lage gefangen. Das Rezipient-Oberteil wurde am unteren Ende durch das untere Spannfutter eingespannt und das obere Spannfutter geöffnet. Das zusammengesetzte Heiz- und Kühlsystem wurde von der Versuchsraumdecke aus durch den oberen Arbeitskopf in dem Spalt zwischen Stator und Rezipientwand einwandfrei durchgeführt und an der Halterung befestigt. Dabei wurde keine Störung der magnetischen Lagerung beobachtet. Der Rotor blieb in seiner zentrischen Lage.

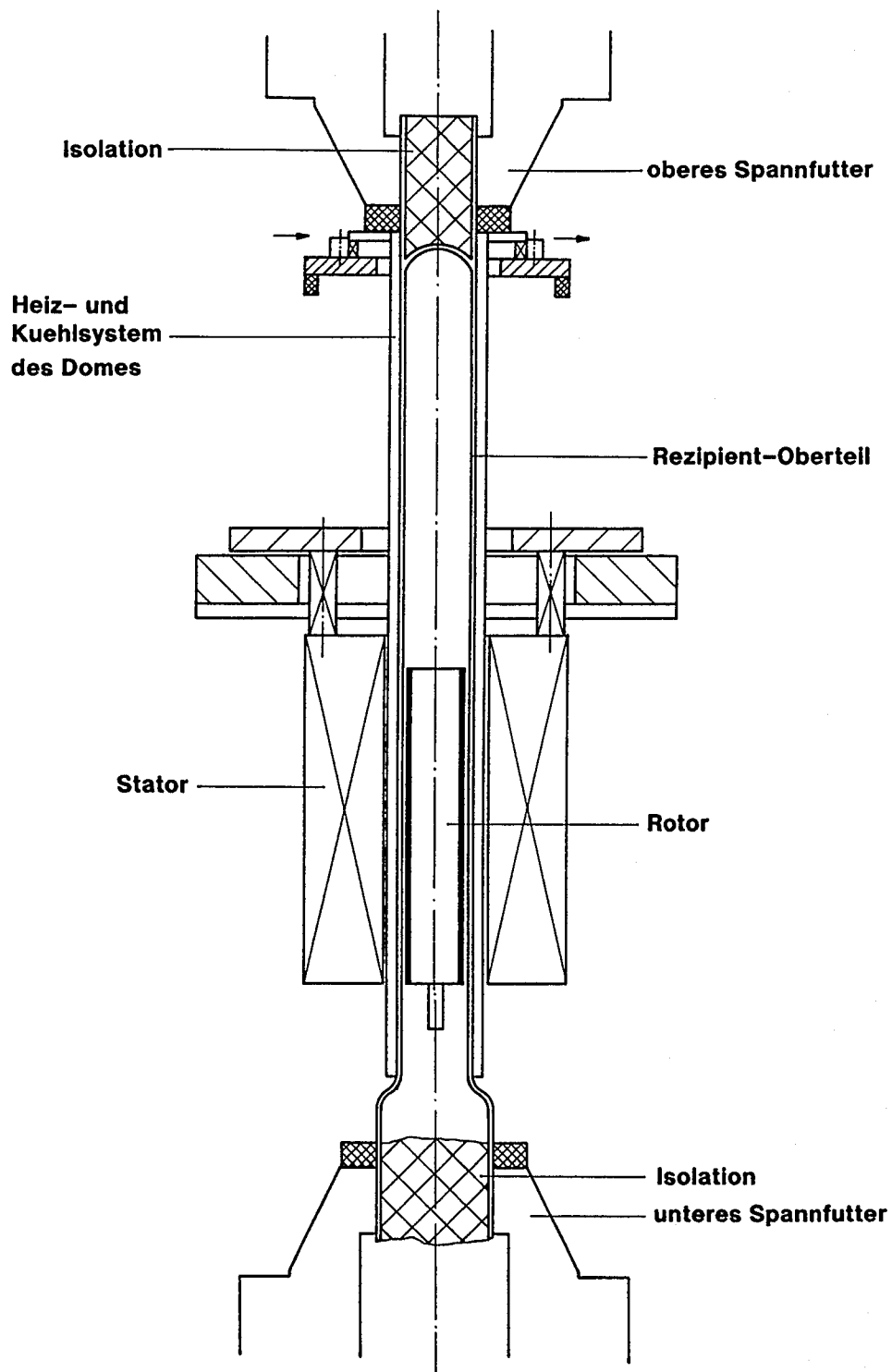


Abb. 4.21: Versuchsanordnung zum Test des Heiz- und Kuehlsystems in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung.

Das Rezipient-Oberteil wurde wieder im oberen Spannfutter eingespannt. Der obere Einspannbereich sowie das untere Teil des Rezipient-Oberteils wurden isoliert, um die axialen Wärmeverluste möglichst klein zu halten.

Zur Temperaturmessung wurden die acht Thermoelemente der Domheizung an dem Mehrkanalschreiber angeschlossen.

Die Domheizung wurde an die Gleichstromversorgung angeschlossen.

4.6.3.2. Versuchsdurchführung, -ergebnisse

Der Rotor wurde in Drehbewegung versetzt. Er lief einwandfrei, zentrisch im Dombereich des Rezipient-Oberteils. Die Stromversorgung wurde eingeschaltet und auf eine Leistung von $\dot{Q}_{el} = 2720 \text{ W}$ eingestellt. Während des Einschaltens und der Erhöhung der elektrischen Leistung wurde keine Störung im Lauf des Rotors beobachtet. Aufgrund des mitaufgeheizten Rotors dauerte das Aufheizen des Systems auf Betriebstemperatur länger im Vergleich zu den vorherigen Versuchen. Dies wurde auch bei der Ausbildung des Temperatur-Profils in der Domheizung ersichtlich. Die Temperaturen nahmen im Bereich der Domheizung oberhalb und unterhalb des Rotors schneller zu als im Bereich des Rotors. Um das Aufheizen zu beschleunigen, wurde die elektrische Leistung auf $\dot{Q} = 3255 \text{ W}$ erhöht. Für kurze Zeiten wurde die Heizung auch mit der maximalen Ausgangsleistung der Stromversorgung von ca. 4 KW betrieben. Dabei wurde keine Störung im Lauf des Rotors beobachtet.

Die Grenzen der 700°C wurden über die gesamte Heizung in 90 Minuten überschritten. Der stationäre Zustand im System stellte sich bei der elektrischen Leistung von $\dot{Q}_{el} = 3255 \text{ W}$ nach 130 Minuten ein.

In Tabelle 4.6 werden die gemessenen Temperaturen im System beim stationären Zustand angegeben. Die Temperaturen $T_1 - T_8$ entsprechen den Thermoelementenpaaren an der Mantelfläche der Domheizung, deren Thermoelemente um 180° versetzt sind, $TE_1 - TE_5$ (30 mm), $TE_2 - TE_6$ (363 mm), $TE_3 - TE_7$ (697 mm) und $TE_4 - TE_8$ (1030 mm). In Klammern werden jeweils die Abstände der Thermoelemente von der oberen Kante des Heizrohrs angegeben.

Die niedrigen Temperaturen, die am unteren Ende der Domheizung auftraten, sind durch mangelhafte Isolation des unteren Bereichs des Rezipient-Oberteils zu erklären.

Das System wurde über zwei Stunden im stationären Zustand betrieben. Der Rotor lief bei den hohen Temperaturen störungsfrei.

Die Heizung wurde ausgeschaltet. Dabei wurde kein Einfluß auf den Lauf des Rotors beobachtet.

Heizung: $\dot{Q}_{el} = 3255 \text{ W}$, $U = 93 \text{ V}$, $I = 35 \text{ A}$								
Temperaturen im stationären Zustand in °C	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7	T_8
	745	790	760	663	739	794	762	665
Kühlung II: $\dot{V} = 12 \text{ lit/min}$, $\Delta p = 0,7 \text{ bar}$ $T_{\text{EINLAUF}} = 15,2 \text{ °C}$, $T_{\text{AUSLAUF}} = 18,7 \text{ °C}$								
Temperaturen im Kühlmantel	$T_K \leq T_{\text{AUSLAUF}}$							

Tabelle 4.6: Versuchsergebnisse.

Das Abkühlen des Systems auf Raumtemperatur hat bei laufender Kühlung insgesamt sechs Stunden gedauert. Es dauerte wegen des miterwärmten Rotors im Vergleich zu den vorherigen Versuchen um Faktor drei länger.

Zur Demontage des Systems wurde der gleiche Lauf wie bei der Montage in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt. Die Demontage lief einwandfrei ab. Dabei wurde keine Störung der magnetischen Lagerung bemerkt.

4.7. Diskussion

Das erstellte Konzept ermöglichte den Bau eines geeigneten Heiz- und Kühlsystems für den Dom-Bereich der HWC-Apparatur innerhalb des verfügbaren Ringspaltes (Breite 12 mm).

Es hat bei den durchgeführten Versuchen die gestellten Anforderungen erfüllt. Die Temperaturen in der Domheizung lagen innerhalb des geforderten Temperaturbereichs (700 – 750 °C).

In der Heizung bildet sich ein inhomogenes Temperaturfeld. Die größte Abweichung bzw. die niedrigste Temperatur tritt am oberen Ende der Domheizung auf, da an dieser Stelle die Übergangsteile der Heizleiter anfangen. Diese Übergangsteile weisen einen um Faktor 20 niedrigeren Widerstand im Vergleich zu der heißen Strecke des Heizleiters auf. Sie müssen aber im Heizrohr anfangen, um eine Überhitzung des Heizleiters zu vermeiden. Da die auftretenden Inhomogenitäten im Temperaturfeld der Domheizung nicht die GaAs-Kristallzüchtung beeinträchtigen können, kann die getestete Heizung bei der HWC-Apparatur eingesetzt werden. Die axialen Wärmeverluste des Systems können bei ausreichender Isolation unwesentlich klein gehalten werden. Dadurch kann eine Erhöhung der Temperatur am oberen Ende der Domheizung bewirkt werden, ohne die elektrische Leistung zu erhöhen.

Die erforderliche elektrische Leistung zum Erreichen und Aufrechterhalten der geforderten mittleren Temperatur in der Heizung stimmte mit der entsprechend berechneten Wärmeverlustleistung gut überein. Die eingesetzte Stromversorgung kann die erforderliche elektrische Leistung einbringen, ohne daß sie bis an ihre Grenzen belastet wird.

Die entscheidende Rolle zur Reduzierung der Wärmeverlustleistung der Domheizung spielt die eingesetzte Isolierplatte. Ihre niedrige Wärmeleitfähigkeit wurde experimentell erwiesen.

Beide Kühlungen haben die gestellten Anforderungen erfüllt. Die radialen Wärmeverluste der Domheizung wurden vollständig aufgenommen, während die Temperaturen am Kühlmantel innerhalb des zulässigen Temperaturbereichs lagen.

Die Funktionsfähigkeit des Systems wurde insbesondere bei dem Test in Verbindung mit der magnetischen Zieh- und Drehvorrichtung in der vertikalen Glasdrehmaschine bewiesen. Dabei wurden neben den thermischen auch die magnetischen Anforderungen erfüllt. Dazu haben die nicht magnetischen Materialien des Systems, der stabilisierte Gleichstrom und die mäanderförmige Anordnung der Heizleiter wesentlich beigetragen. Die magnetische Lagerung funktionierte bei allen Betriebsphasen einwandfrei. Außerdem wurde die Montage und Demontage sowie das Haltern und Justieren des Systems unter reellen Bedingungen erfolgreich erprobt.

Aus diesen Gründen kann das gesamte Heiz- und Kühlsystem des Domes bei den folgenden GaAs-Kristallzüchtungsversuchen in der HWC-Apparatur eingesetzt werden. Dabei kann das System in Verbindung mit den anderen Komponenten der Apparatur unter reellen Bedingungen überprüft werden und eventuell im Hinblick auf einen optimalen Betrieb verbessert werden.

5. Wärmebilanz einer HWC–Quarzglasapparatur

Zum optimalen Ablauf des Kristallzuchtprozesses sollen die erforderlichen thermischen Verhältnisse im Rezipient der erstellten HWC–Quarzglasapparatur herrschen. Zu diesem Zweck sowie auch zur Auslegung der verschiedenen Heizkreise der Apparatur wurde eine Wärmebilanz erstellt. Dabei wurden die Erwärmung der Quarzglaswand des Rezipienten infolge der Heizung des GaAs–Tiegels und die erforderlichen Heizleistungen des GaAs–Tiegels, des As–Ofens und der Sichtheizung berechnet. Der Dom–Bereich der Apparatur wurde separat im Kap. 4 behandelt.

5.1. Erwärmung der Rezipientwand infolge der Tiegelheizung

Die hauptsächliche Wärmequelle der Apparatur ist die Tiegelheizung. Sie heizt den GaAs–Tiegel während der Kristallzüchtung auf die GaAs–Schmelztemperatur auf. Der GaAs–Tiegel ist damit die heißeste Stelle des Rezipienten. Durch die vom Tiegel abgegebene Wärme, die hauptsächlich in Form von Wärmestrahlung auftritt, werden die Rezipientwände und der beeinhaltete As–Dampf erwärmt. Es stellt sich die Frage, wie groß diese Erwärmung ist. Davon hängt eine eventuelle Zusatzheizung bzw. Isolierung der Rezipientwand ab. Die gesamte Rezipientwand muß während des Kristallzuchtprozesses über die den As–Dampfgleichgewichtsdruck bestimmende Temperatur der As–Quelle bzw. auf die Betriebstemperatur von 700 °C beheizt werden.

5.1.1. Verteilung der auf das Quarzglas auftreffenden Strahlung

Das Quarzglas läßt die auftreffende Wärmestrahlung zum großen Teil durch. Die Durchlässigkeit (Transmission) des Quarzglases wird im Ultraviolett–, im sichtbaren und im Infrarot–Bereich für verschiedene Dicken in Abb. 5.1 dargestellt. Die Durchlässigkeit für die Wandstärke des Rezipienten (2,5 mm) wurde aus dieser Abbildung abgeschätzt. Danach beträgt die Durchlässigkeit bis zu einer Wellenlänge $\lambda = 2,5 \mu\text{m}$, $\tau = 96,5 \%$. Im Wellenlängenbereich zwischen $\lambda = 2,5 - 5 \mu\text{m}$ wurde eine mittlere Durchlässigkeit von $\tau = 63,33 \%$ ermittelt. Oberhalb dieses Wellenlängenbereichs wird die Strahlung nicht durchgelassen, also $\tau \approx 0$. Die Reflektion des Quarzglases beträgt über den gesamten Wellenlängenbereich $\rho = 3,5 \%$. Die Absorption α ergibt sich jeweils aus der Beziehung

$$\alpha = 1 - \tau - \rho.$$

Der mittlere Absorptionskoeffizient des eingesetzten Quarzglases (Dicke 2,5 mm) wurde für die drei Wellenlängenbereiche zu folgenden Werten berechnet:

- $\lambda = 0 - 2,5 \mu\text{m}$: $\alpha = 0 \%$,
- $\lambda = 2,5 - 5,0 \mu\text{m}$: $\alpha = 33,17 \%$,
- $\lambda = 5,0 - 9,0 \mu\text{m}$: $\alpha = 96,5 \%$.

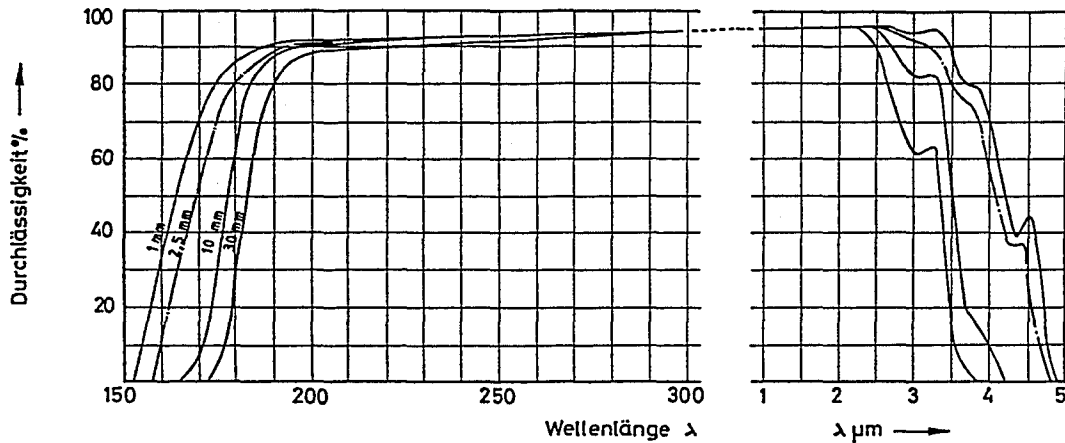


Abb. 5.1: Durchlässigkeit des Quarzglas (Heraeus Quarzschmelze 1985).

Abb. 5.2 zeigt den Verlauf der spektralen Strahlungsleistungsdichte eines Strahlers bei $T = 1500 \text{ K}$ über der Wellenlänge. Die Strahlungsleistungsdichte $u(\lambda)$ dieses Strahlers wird auf die drei Wellenlängenbereiche, in denen sich die Durchlässigkeit des Quarzglas ändert, wie folgt verteilt:

- $\lambda = 0 - 2,5 \mu\text{m}$: $u = 46,81 \%$,
- $\lambda = 2,5 - 5,0 \mu\text{m}$: $u = 40,92 \%$,
- $\lambda = 5,0 - 9,0 \mu\text{m}$: $u = 12,27 \%$.

Die auf das Quarzglas (Dicke $2,5 \text{ mm}$) auftreffende Strahlungsleistungsdichte eines Strahlers bei $T = 1500 \text{ K}$ wird dadurch wie folgt verteilt:

- zu $71,12 \%$ wird sie durchgelassen,
- zu $25,38 \%$ wird sie absorbiert,
- zu $3,5 \%$ wird sie reflektiert.

Diese Analogien setzen eine hohe chemische Reinheit des Quarzglas voraus. Bereits geringe Verunreinigungen in der Größenordnung von $0,001 \%$ bewirken eine merkliche Abnahme der Durchlässigkeit bzw. eine Zunahme der Absorption.

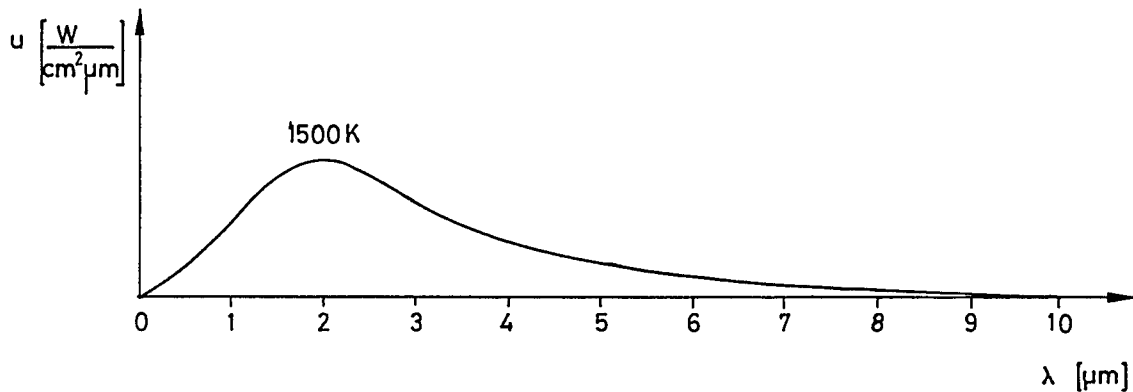


Abb. 5.2: Spektrale Strahlungsleistungsdichte $u(\lambda)$ eines Strahlers bei 1500 K.

5.1.2. Mittlere Erwärmung der Rezipientwand

Die Berechnung wurde für die Anordnung der Abb. 5.3 durchgeführt. Dabei wird nur das zylindrische Rezipient-Unterteil der HWC-Quarzglasapparatur berücksichtigt. Der Dom-Bereich wird vernachlässigt. Für die Berechnung wurde die Anordnung in fünf Segmente geteilt.

Als Randbedingungen wurden eine Tiegeltemperatur von $T_T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ und eine Umgebungstemperatur von $T_U = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ angesetzt. Im Rezipient wurde ein Arsendampfgemisch von $\text{As}_2 : \text{As}_4 = 1 : 1$ angenommen. Der Arsendampfdruck betrug $p_{\text{As}} = 2\text{ bar}$.

Zur Ermittlung der Quarzglaswandtemperatur wurde für jedes Segment der Anordnung von Abb. 5.3 eine Wärmebilanz im stationären Zustand durchgeführt. Dabei wurde die vom Quarzglas absorbierte Wärme $\dot{Q}_1$ gleich der vom Quarzglas zum Rezipientinneren und zur äußeren Umgebung abgegebene Wärme $\dot{Q}_2$ angesetzt:

$$\dot{Q}_1 = \dot{Q}_2. \quad (1)$$

Die Unbekannten dieser Gleichung sind die innere und die äußere Temperatur der Quarzglaswand. Dabei wurde der Temperaturgradient in der Quarzglaswand berücksichtigt.

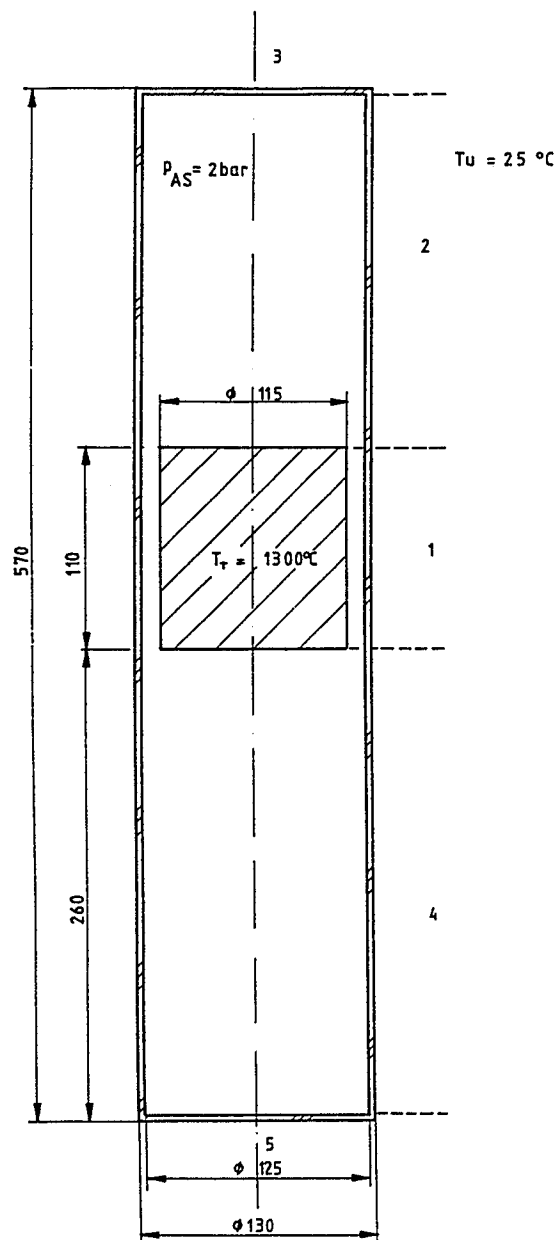


Abb. 5.3: Anordnung zur Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur.

Die vom Quarzglas absorbierte Wärme $\dot{Q}_1$ besteht hauptsächlich aus dem absorbierten Anteil der auftreffenden Strahlung $\dot{Q}_A$ und gegebenenfalls aus dem in Form von Leitung und Konvektion an das Quarzglas transportierten Anteil $\dot{Q}_{LK}$:

$$\dot{Q}_1 = \dot{Q}_A + \dot{Q}_{LK}.$$

Für die vom Quarzglas absorbierte Strahlungsleistungsdichte gilt generell die Beziehung

$$\dot{Q}_A = A_i \cdot A \cdot (\dot{H}_i - \rho_i \cdot \dot{H}_i), \quad (2)$$

wobei A_i , [m²], die innere Oberfläche des Quarzglases-Segments i,
 A , [-], den korrigierten Absorptionsbeiwert des Quarzglases,
 $\dot{H}_i$, [W/m²], die auf A_i auftreffende Strahlungsleistungsdichte,
 ρ_i , [-], den Reflektionskoeffizient des Quarzglases

bedeuten. Der korrigierte Absorptionsbeiwert A gibt an, welcher Anteil der gesamten auftreffenden Strahlungsleistungsdichte, nach Abziehen des reflektierten Anteils, vom Quarzglas absorbiert wird. Es gilt:

$$A + T = 1.$$

Für hochreines Quarzglas ergeben sich in Verbindung mit Kap. 5.1.1. folgende Anteile für Absorption und Transmission:

$$A = 26,3 \% \quad \text{und} \quad T = 73,7 \%.$$

Die insgesamt auf die Fläche A_i auftreffende Strahlungsleistung ist gleich der Summe der von allen Flächen ($k = 1, 2, 3 \dots n$) ausgesandten und auf die Fläche A_i auftreffenden Strahlungsleistung:

$$A_i \cdot \dot{H}_i = \sum_{k=1}^n A_k \cdot \dot{B}_k \cdot \varphi_{ki}.$$

$\dot{B}_k$ ist die insgesamt von der Fläche A_k ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistungsdichte, [W/m²]. Sie setzt sich zusammen aus der Eigenemission $\dot{E}_k = \epsilon_k \cdot C_s \cdot \left(\frac{T_k}{100}\right)^4$ und dem reflektierten Anteil der auftreffenden Strahlung $\rho_k \dot{H}_k$. Es gilt

$$\dot{B}_k = \dot{E}_k + \rho_k \cdot \dot{H}_k.$$

Mit φ_{ki} wird die Einstrahlzahl bezeichnet. Sie gibt die Strahlungsenergie an, die von der Fläche A_k ausgeht und auf die Fläche A_i auftrifft. Durch die verwendeten Einstrahlzahlen wurde der Einfluß der Geometrie der Flächen in die Berechnung einbezogen (J.R. Howell 1982).

Bei der Berechnung der auf die innere Oberfläche eines Segments insgesamt auftreffenden Strahlung wurden außer des zugehörigen Tiegelstrahlungsanteils auch die Strahlungsanteile der Quarzglaswand berücksichtigt.

Bei dem Segment 1 wurde die Wärmeleitung des Arsendampfes im Ringspalt zwischen Tiegel und Quarzglas berücksichtigt. Bei den Segmenten 2 und 3 wurde zusätzlich die Wärmekonvektion berücksichtigt. Im Bereich unterhalb des Tiegels wurde Leitung und Konvektion vernachlässigt.

Die vom Quarzglas abgegebene Wärmeleistung $\dot{Q}_2$ besteht aus den nach innen $\dot{Q}_{Si}$ und nach außen $\dot{Q}_{Sa}$ ausgesandten Wärmestrahlungsanteilen und aus dem in Form von Wärmedurchgang, von innen zu der äußeren Umgebung abgegebenen Anteil $\dot{Q}_D$:

$$\dot{Q}_2 = \dot{Q}_{Si} + \dot{Q}_{Sa} + \dot{Q}_D.$$

Für $\dot{Q}_{Si}$ gilt die Beziehung

$$\dot{Q}_{Si} = A_i \cdot \epsilon_Q \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_{Wi}}{100} \right)^4,$$

wobei A_i , [m²], die innere Oberfläche der Quarzglaswand,
 ϵ_Q , [-], der Emissionskoeffizient des Quarzglases,
 C_S , [W/m²K⁴], die Strahlungskonstante des schwarzen Körpers,
 und T_{Wi} , [K], die Temperatur der inneren Oberfläche der Quarzglaswand

sind. Für $\dot{Q}_{Sa}$ gilt die Beziehung

$$\dot{Q}_{Sa} = A_a \cdot \epsilon_Q \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_{Wa}}{100} \right)^4,$$

wobei A_a , [m²], die äußere Oberfläche der Quarzglaswand,
 und T_a , [K], die Temperatur der äußeren Oberfläche der Quarzglaswand

sind. Der Wärmedurchgang $\dot{Q}_D$ in Form von Leitung und Konvektion von der inneren Oberfläche der Rezipientwand zu der Umgebung ist

$$\dot{Q}_D = k \cdot A_a \cdot (T_{Wi} - T_U),$$

wobei k , [W/m²K], den Wärmedurchgangskoeffizient,
 A_a , [m²], die äußere Oberfläche der Rezipientwand,
 T_{Wi} , [K], die Temperatur der inneren Oberfläche der Rezipientwand,
 T_U , [K], die Umgebungstemperatur

bedeuten. Beim Wärmedurchgangskoeffizient k werden die Wärmeleitfähigkeit des Quarzglas und der Wärmeübergangskoeffizient zur Umgebungsluft berücksichtigt.

Die Gleichung (1) wurde numerisch gelöst. Die Temperatur der inneren und damit die Temperatur der äußeren Oberfläche werden so weit variiert, daß folgende Bedingungen

$$\dot{Q}_1 = \dot{Q}_2 \quad \text{bzw.} \quad |\dot{Q}_1 - \dot{Q}_2| < \Delta \dot{Q}$$

erfüllt sind. Die Größe der Differenz $\Delta \dot{Q}$ kann so ausgewählt werden, daß die Lösung möglichst gut angenähert wird.

Außerdem wurden die Wärmeverluste des Rezipienten $\dot{Q}_V$ berechnet. Sie bestehen aus der nach außen transmittierten Strahlungsenergie $\dot{Q}_T$ sowie aus der von der Quarzglaswand nach außen abgegebenen Wärme, in Form von Wärmestrahlung $\dot{Q}_{Sa}$, Leitung und Konvektion $\dot{Q}_D$. Es gilt die Beziehung:

$$\begin{aligned} \dot{Q}_V &= \dot{Q}_T + \dot{Q}_{Sa} + \dot{Q}_D \\ \text{bzw.} \quad \dot{Q}_V &= (1 - A) \frac{\dot{Q}_A}{A} + \dot{Q}_{Sa} + \dot{Q}_D. \end{aligned}$$

Dabei sind $\dot{Q}_A$ und A aus der Gleichung (2) zu beziehen.

Das Absorptionsvermögen vom Quarzglas ist eine unter reellen Zuständen nicht leicht definierbare Größe. Sie hängt von der chemischen Reinheit des Quarzglas sowie von der Reinheit der Oberflächen ab. Aus diesen Gründen wird die Berechnung für verschiedene Absorptionsbeiwerte im Bereich zwischen $A = 0,25$ und $0,5$ durchgeführt, wobei bei jedem Schritt der Absorptionsbeiwert um $0,05$ erhöht wird.

Alle Stoffwerte wurden entsprechend der jeweils geltenden Stoffbezugstemperatur eingesetzt.

Zur numerischen Lösung des Problems wurde ein Berechnungsprogramm erstellt, das jeweils für die einzelnen Segmenten entsprechend geändert wurde. Es entstanden die Variationen "HWC1" ... "HWC5", s. Anhang. Dazu wurde ein Tischrechner vom Typ HP9000/300 benutzt.

Die Ergebnisse der Berechnung für die fünf Segmente der Anordnung von Abb. 5.3 werden in die Tabellen 5.1 – 5.5 dargestellt. Dabei sind $T_{1i} \dots T_{5i}$ bzw. $T_{1a} \dots T_{5a}$ die Temperaturen der inneren bzw. der äußeren Oberfläche der Quarzglaswand der Segmenten 1 ... 5.

Die innere Temperatur des Segments 1 wurde für $A = 0,25$ zu $T_{1i} = 697\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet. Alle Ergebnisse des Segments 1 werden für die verschiedenen Werte des Absorptionsbeiwertes des Quarzglases A in Tabelle 5.1 angegeben.

Für das Segment 2 wurde die innere Temperatur für $A = 0,25$ zu $T_{2i} = 327\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet. Die gesamten Ergebnisse des Segments 2 werden für die verschiedenen Werte von A in Tabelle 5.2 angegeben.

Die innere Temperatur des Segments 3 wurde für $A = 0,25$ zu $T_{3i} = 312\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet. Alle Ergebnisse des Segments 3 werden für die verschiedenen Werte von A in Tabelle 5.3 angegeben.

Für das Segment 4 wurde die innere Temperatur für $A = 0,25$ zu $T_{4i} = 181\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet. Die gesamten Ergebnisse des Segments 4 werden für die verschiedenen Werte von A in Tabelle 5.4. angegeben.

Die innere Temperatur des Segments 5 wurde für $A = 0,25$ zu $T_{5i} = 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ berechnet. Alle Ergebnisse des Segments 5 werden für die verschiedenen Werte von A in Tabelle 5.5 angegeben.

In Tabelle 5.6 werden die Temperaturen der inneren Oberfläche der fünf Segmente und die gesamten Wärmeverluste $\dot{Q}_{VG}$ der berechneten Anordnung im Zusammenhang mit dem Absorptionsbeiwert des Quarzglases A angegeben. Für $A = 0,25$ ergibt sich $\dot{Q}_{VG} = 12654\text{ W}$.

In Abb. 5.4 wird die Abhängigkeit der Quarzglasstemperatur der berechneten Segmente von dem Absorptionsbeiwert des Quarzglases graphisch dargestellt.

Mit steigendem Absorptionsanteil der auf das Quarzglas auftreffenden Strahlung nimmt die Erwärmung des Quarzglases zu und die Wärmeverluste der Anordnung ab.

Die Temperaturen des größten Teils der berechneten Anordnung liegen unterhalb der erforderlichen As-Dampfgleichgewichtstemperatur $T_{As} = 653\text{ }^{\circ}\text{C}$. Diese Teile des Rezipienten müssen während des Kristallzuchtprozesses durch äußere Zusatzheizungen auf die Betriebstemperatur von $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ beheizt werden. Eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Quarzglasstemperatur besteht in einer geeigneten Isolierung der Rezipientenwände. Der Bereich des Rezipienten unterhalb des Tiegels wird durch den As-Ofen auf die erforderliche Temperatur von $653\text{ }^{\circ}\text{C}$ beheizt.

A	$T_{1i}/^{\circ}\text{C}$	$T_{1a}/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_A/\text{W}$	$\dot{Q}_{LK}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Si}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Sa}/\text{W}$	$\dot{Q}_D/\text{W}$	$\dot{Q}_V/\text{W}$
0,25	697	688	2243	280	1084	1087	351	8166
0,30	741	731	2712	260	1295	1296	380	8004
0,35	781	771	3188	241	1511	1511	407	7839
0,40	818	807	3672	224	1735	1733	433	7675
0,45	852	841	4165	208	1962	1958	456	7504
0,50	884	872	4665	193	2195	2189	479	7332

Tabelle 5.1: HWC–Quarzglasapparatur–Segment 1.

A	$T_{2i}/^{\circ}\text{C}$	$T_{2a}/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_A/\text{W}$	$\dot{Q}_{LK}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Si}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Sa}/\text{W}$	$\dot{Q}_D/\text{W}$	$\dot{Q}_V/\text{W}$
0,25	327	323	410	805	491	497	228	1954
0,30	337	333	500	794	524	531	237	1934
0,35	347	343	592	783	559	566	247	1913
0,40	357	353	689	772	596	603	257	1913
0,45	367	362	788	761	635	642	267	1872
0,50	378	373	893	749	676	686	278	1858

Tabelle 5.2: HWC–Quarzglasapparatur–Segment 2.

A	$T_{3i}/^{\circ}\text{C}$	$T_{3a}/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_A/\text{W}$	$\dot{Q}_{LK}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Si}/\text{W}$	$\dot{Q}_{Sa}/\text{W}$	$\dot{Q}_D/\text{W}$	$\dot{Q}_V/\text{W}$
0,25	312	309	47	129	72	76	27	245
0,30	320	317	57	127	76	80	28	241
0,35	327	324	66	126	79	84	29	236
0,40	333	330	76	125	83	87	30	231
0,45	340	337	85	124	87	91	31	226
0,50	346	343	94	123	90	95	32	221

Tabelle 5.3: HWC–Quarzglasapparatur–Segment 3.

A	$T_{4_i}/^{\circ}\text{C}$	$T_{4_s}/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_A/\text{W}$	$\dot{Q}_{Si}/\text{W}$	$\dot{Q}_{S_s}/\text{W}$	$\dot{Q}_D/\text{W}$	$\dot{Q}_V/\text{W}$
0,25	181	179	596	236	232	128	2147
0,30	205	203	728	290	285	154	2136
0,35	227	224	865	347	340	178	2125
0,40	247	244	1007	406	397	201	2110
0,45	267	264	1157	473	461	225	2100
0,50	285	281	1312	539	525	247	2084

Tabelle 5.4: HWC–Quarzglasapparatur–Segment 4.

A	$T_{5_i}/^{\circ}\text{C}$	$T_{5_s}/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_A/\text{W}$	$\dot{Q}_{Si}/\text{W}$	$\dot{Q}_{S_s}/\text{W}$	$\dot{Q}_D/\text{W}$	$\dot{Q}_V/\text{W}$
0,25	120	119	39	16	17	6	142
0,30	137	136	47	19	20	8	139
0,35	153	152	55	22	24	9	136
0,40	168	167	63	25	27	10	132
0,45	181	180	71	29	31	11	129
0,50	194	193	79	32	34	13	126

Tabelle 5.5: HWC–Quarzglasapparatur–Segment 5.

A	$T_1/^{\circ}\text{C}$	$T_2/^{\circ}\text{C}$	$T_3/^{\circ}\text{C}$	$T_4/^{\circ}\text{C}$	$T_5/^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_{VG}/\text{W}$
0,25	697	327	312	181	120	12654
0,30	741	337	320	205	137	12454
0,35	781	347	327	227	153	12249
0,40	818	357	333	247	168	12041
0,45	852	367	340	267	181	11831
0,50	884	378	346	285	194	11621

Tabelle 5.6: Temperaturverteilung T_i ($i = 1 \dots 5$) und gesamte Wärmeverlustleistung $\dot{Q}_{VG}$ der berechneten Anordnung in Abhängigkeit vom Absorptionsbeiwert des Quarzglases A.

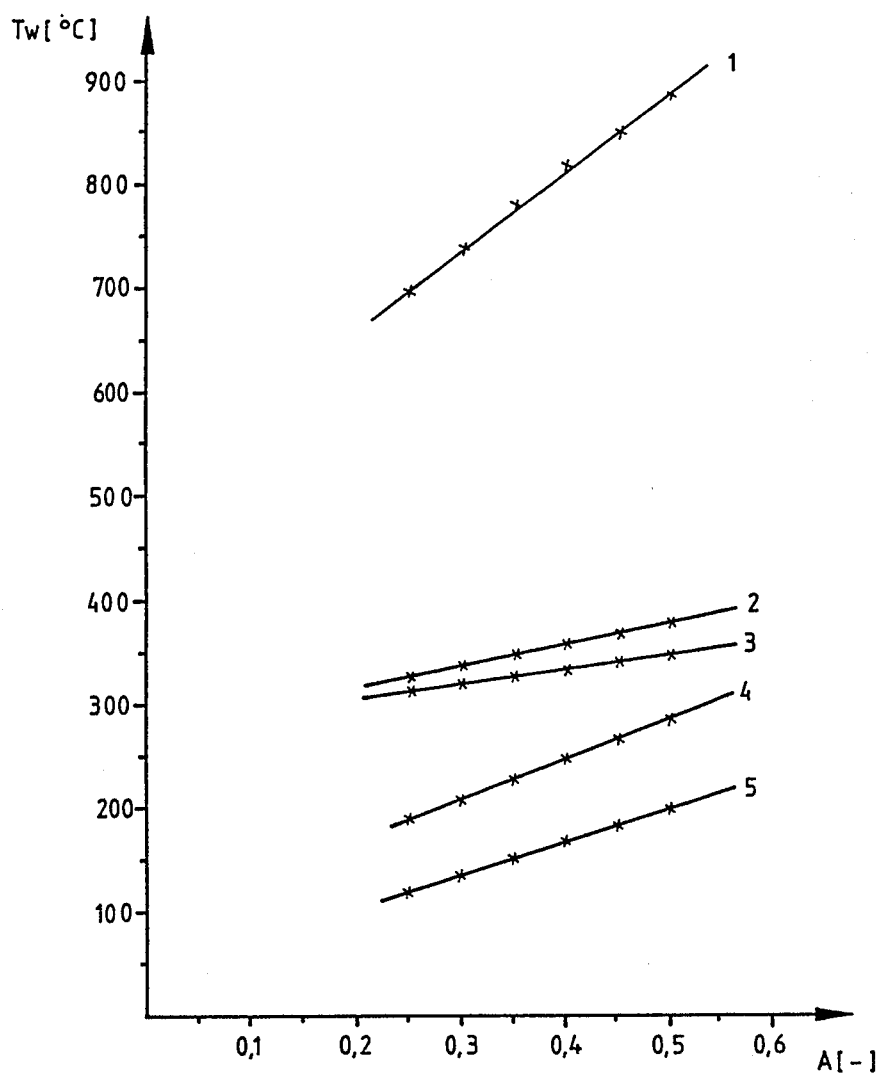


Abb. 5.4: Abhängigkeit der Rezipientwandtemperatur T_w (Segmente 1 ... 5) von Absorptionsbeiwert des Quarzglases.

5.2. Heizleistung des GaAs-Tiegels

Zur Berechnung der erforderlichen Heizleistung für die Aufrechterhaltung der GaAs-Schmelztemperatur im Tiegel wurde die Anordnung von Kap. 5.1.2. verwendet. Dazu wurde der Tiegel in drei Segmente $T_1 \dots T_3$ geteilt, s. Abb. 5.5. Diese Heizleistung ist gleich dem Nettoenergiestrom, den der Tiegel in Form von Wärmestrahlung $\dot{Q}_{ST}$,

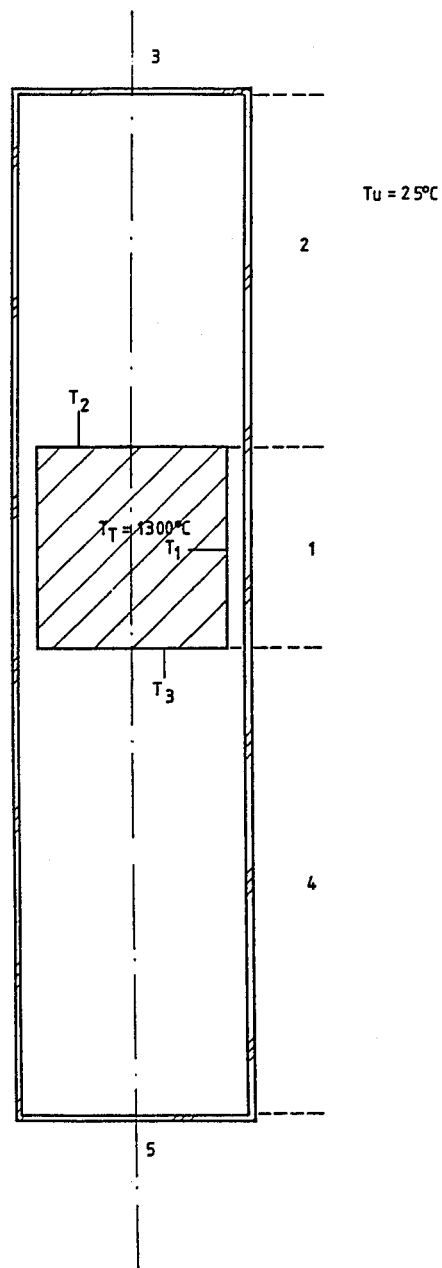


Abb. 5.5: Anordnung zur Berechnung der Heizleistung des Tiegels.

Leitung und Konvektion $\dot{Q}_{LK}$ mit dem Rezipient austauscht. Für die erforderliche Heizleistung des GaAs-Tiegels gilt die Beziehung

$$\dot{Q}_T = \dot{Q}_{ST} + \dot{Q}_{LK}.$$

Der Strahlungsaustausch des Tiegels wurde für die drei Tiegel-Segmente getrennt berechnet. Es gilt:

$$\dot{Q}_{ST} = \dot{Q}_{ST1} + \dot{Q}_{ST2} + \dot{Q}_{ST3}.$$

Der Strahlungsleistungsaustausch eines Tiegel-Segments T_i ist

$$\dot{Q}_{ST_i} = A_{T_i} \cdot (\dot{B}_{T_i} - \dot{H}_{T_i}),$$

wobei A_{T_i} , [m²], die Oberfläche des Tiegel-Segments,
 $\dot{B}_{T_i}$, [W/m²], die von der Fläche A_{T_i} ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung,
 $\dot{H}_{T_i}$, [W/m²], die insgesamt auf die Fläche A_{T_i} auftreffende Strahlungsleistung

bedeuten. Die Reflektion des Quarzglases wurde dabei vernachlässigt.

Der Wärmestrom austausch des Tiegels in Form von Leitung und Konvektion setzt sich aus folgenden Anteilen zusammen:

- Wärmeleitung $\dot{Q}_{L_1}$ im Ringspalt zwischen Tiegel und Rezipientwand,
- Wärmekonvektion $\dot{Q}_{LK_2}$ und $\dot{Q}_{LK_3}$ im Bereich oberhalb des Tiegels.

Dadurch ergibt sich der gesamte Wärmeaustausch in Form von Leitung und Konvektion:

$$\dot{Q}_{LK} = \dot{Q}_{L_1} + \dot{Q}_{LK_2} + \dot{Q}_{LK_3}.$$

Die Berechnung wurde für eine Tiegeltemperatur von $T = 1300$ °C und für das in Kap. 5.1.2. berechnete Temperaturfeld der Rezipientwand im stationären Zustand durchgeführt. Dabei wurde im Rezipient die gleiche Gasfüllung wie im Kap. 5.1.2. angenommen. Die gleiche Berechnung wurde auch für ein Temperaturfeld, das den Bedingungen des durchgeführten HWC-Kristallzuchtversuches entsprechen soll, durchgeführt. Für das Segment 2, das beim Versuch weder beheizt noch isoliert worden ist, wurde die mittlere Temperatur aus dem berechneten Temperaturfeld von Kap. 5.1.2. angenommen. Bei den anderen Segmenten wurden jeweils die Solltemperaturen dieser Bereiche für das HWC-Verfahren angenommen. Als Temperaturen der Segmenten 1 ... 5 des Rezipienten wurden $T_1 = T_3 = 700$ °C, $T_2 = 350$ °C und $T_4 = T_5 = 653$ °C angesetzt. Außerdem wurde die erforderliche Heizleistung des Tiegels für den idealen Fall berechnet, bei dem die Temperaturen der Rezipientwand bzw. der Segmente 1 ...

5 $T_1 = T_2 = T_3 = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $T_4 = T_5 = 653\text{ }^{\circ}\text{C}$ (As-Dampfgleichgewichtstemperatur für $p_{\text{As}} = 2\text{ bar}$) betragen. Dazu wurde das Berechnungs-Programm "H-T" erstellt, s. Anhang.

Die Ergebnisse werden in der Tabelle 5.7 dargestellt. Dabei nimmt die erforderliche Heizleistung des Tiegels bei steigender Erwärmung der Rezipientwand, infolge einer zunehmenden Absorption der auftreffenden Strahlung bzw. einer Isolierung oder Beheizung der Rezipientwand in den letzten zwei Fällen, leicht ab. Bei dem Fall, der den durchgeführten Versuch annähernd wiedergibt, ist die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ im Tiegel eindeutig höher im Vergleich zu dem Fall, der den idealen Zustand entspricht. Danach kann das beim HWC-Versuch aufgetretene Einfrieren der Schmelze bei leicht absinkender HF-Leistung während des Kristallziehens erklärt werden, vgl. Kap. 3.6.2.2.

A	T_1 $^{\circ}\text{C}$	T_2 $^{\circ}\text{C}$	T_3 $^{\circ}\text{C}$	T_4 $^{\circ}\text{C}$	T_5 $^{\circ}\text{C}$	$\dot{Q}_{\text{ST}_1}$ W	$\dot{Q}_{\text{ST}_2}$ W	$\dot{Q}_{\text{ST}_3}$ W	$\dot{Q}_{\text{L}_1}$ W	$\dot{Q}_{\text{LK}_2}$ W	$\dot{Q}_{\text{LK}_3}$ W	$\dot{Q}_{\text{T}}$ W
0,25	697	327	312	181	120	8191	1275	2293	280	805	128	12972
0,30	741	337	320	205	137	8067	1273	2289	259	794	127	12810
0,35	781	347	327	227	153	7939	1272	2286	241	783	126	12646
0,40	818	357	333	247	168	7808	1270	2282	224	771	125	12479
0,45	852	367	340	267	181	7674	1268	2278	208	760	124	12311
0,50	884	378	346	285	194	7537	1266	2273	193	749	122	12141
–	700	352	700	653	653	8183	1259	2041	279	777	66	12605
–	700	700	700	653	653	8183	1136	2041	279	423	66	12128

Tabelle 5.7: Heizleistung des GaAs-Tiegels $\dot{Q}_{\text{T}}$ der HWC-Quarzglasapparatur.

5.3. Heizleistung des As-Ofens

Der As-Ofen beheizt die As-Quelle auf die für den Aufbau des As-Gleichgewichtsdampfdruckes erforderliche Temperatur. Die As-Quelle befindet sich im unteren Bereich des Rezipienten der HWC-Quarzglasapparatur. Die Berechnung der erforderlichen Heizleistung des As-Ofens wurde für die Anordnung der Abb. 5.6 durchgeführt. Dabei wird der Bereich des Rezipienten unterhalb des Tiegels in 5 Segmente unterteilt.

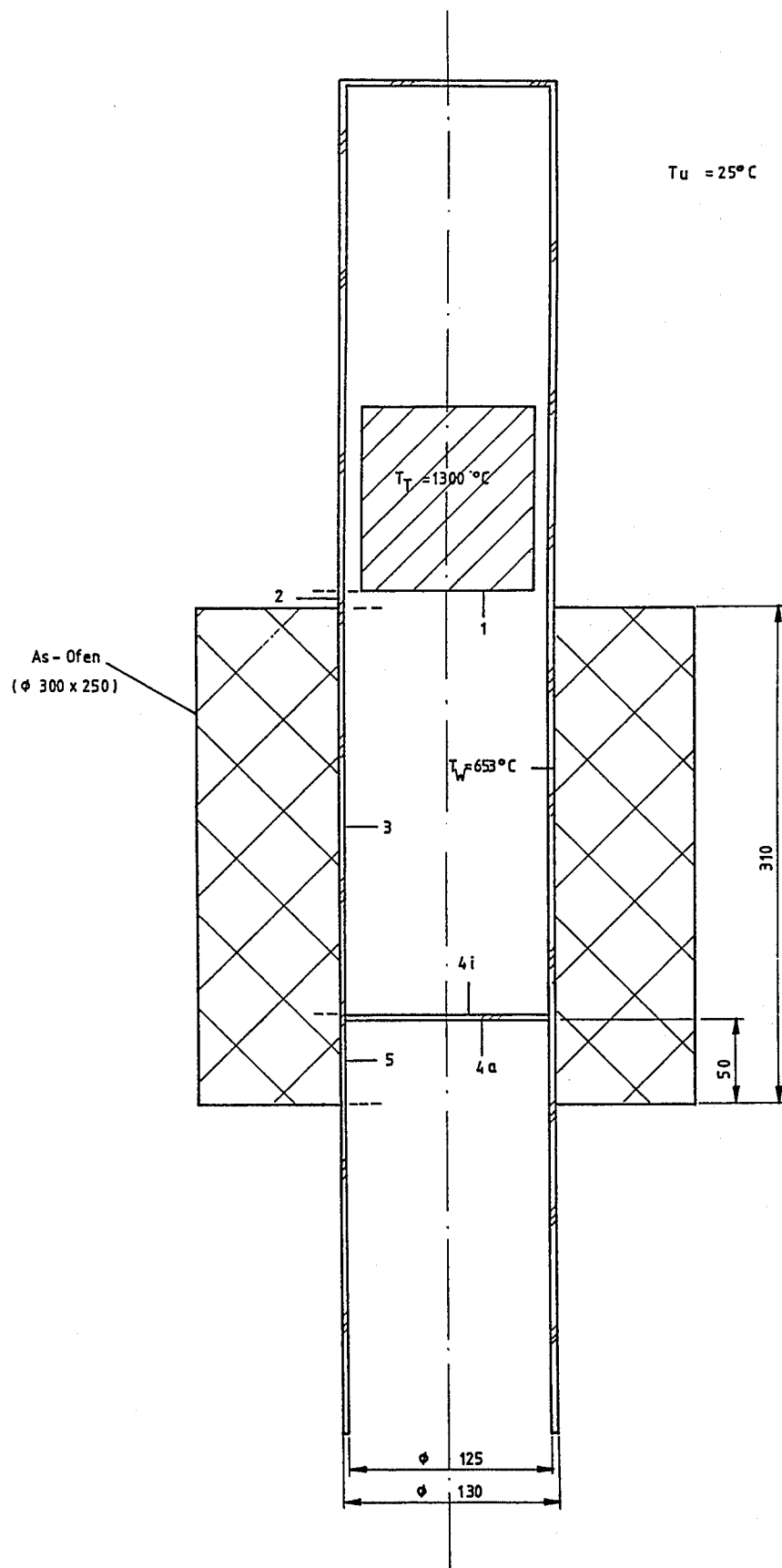


Abb. 5.6: Anordnung zur Berechnung der Heizleistung der As-Quelle.

Für die Berechnung wurden folgende Randbedingungen angesetzt:

- Tiegeltemperatur $T_T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- Temperatur der Rezipientwand im Bereich der As-Quelle $T_W = 653\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- Umgebungstemperatur $T_U = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$,
- Stationärer Zustand.

Die angenommene Temperatur der As-Quelle entspricht einem As-Dampfdruck von $p_{As} = 2\text{ bar}$.

Die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der $653\text{ }^{\circ}\text{C}$ im Bereich der As-Quelle ist gleich mit dem Nettoenergiestrom $\dot{Q}$, den dieser Bereich mit dem Inneren des Rezipienten und mit der Umgebung in Form von Strahlung $\dot{Q}_S$, Leitung und Konvektion $\dot{Q}_{LK}$ austauscht. Für diese Heizleistung gilt

$$\dot{Q} = \dot{Q}_S + \dot{Q}_{LK}. \quad (1)$$

Der gesamte Strahlungsleistungsaustausch der As-Quelle setzt sich aus den Anteilen der einzelnen Segmente dieses Bereichs zusammen:

$$\dot{Q}_S = \dot{Q}_{S3} + \dot{Q}_{S4_i} + \dot{Q}_{S4_a} + \dot{Q}_{S5}. \quad (2)$$

Die Einstrahlzahlen φ_{ik} der verschiedenen Flächen wurden zu folgenden Werten berechnet:

$$\begin{array}{ll} \varphi_{1(2+3)} = 0,94 & \\ \varphi_{31} = 0,05 & \varphi_{13} = \varphi_{31} \cdot \frac{A_3}{A_1} = 0,375 \\ \varphi_{14_i} = 0,05 & \varphi_{4i1} = \varphi_{14_i} \cdot \frac{A_1}{A_{4_i}} = 0,04 \\ \varphi_{4_i(2+3)} = 0,95 & \varphi_{(2+3)4_i} = \varphi_{4_i(2+3)} \cdot \frac{A_{4_i}}{A_2+A_3} = 0,11 \\ \varphi_{23} = 0,32 & \varphi_{32} = \varphi_{23} \cdot \frac{A_2}{A_3} = 0,096 \\ \varphi_{33} = 0,71 & \\ \varphi_{4_i3} = 0,92 & \varphi_{34_i} = \varphi_{4_i3} \cdot \frac{A_{4_i}}{A_3} = 0,14 \\ \varphi_{4_a5} = 0,54 & \varphi_{54_a} = \varphi_{4_a5} \cdot \frac{A_{4_a}}{A_5} = 0,34 \\ \varphi_{55} = 0,32 & \end{array}$$

(J.R. Howell 1982.)

Dabei bedeuten A_m ($m = 1, 2, 3, 4_i, 4_a, 5$) die Oberflächen des Tiegels und der Segmente der Anordnung von Abb. 5.6.

Die insgesamt von der unteren Oberfläche des Tiegels A_1 ausgesandte flächenbezogene Strahlung ist

$$\begin{aligned}\dot{B}_1 &= \dot{E}_1 + r_1 \cdot \dot{H}_1 \\ \text{bzw. } \dot{B}_1 &= \dot{E}_1 + (1 - \epsilon_1) \cdot \dot{H}_1.\end{aligned}\quad (3)$$

$\dot{H}_1$ ist die insgesamt auf die Fläche A_1 auftreffende Strahlung:

$$\begin{aligned}A_1 \dot{H}_1 &= \varphi_{(2+3)1} \cdot A_{(2+3)} \cdot \dot{B}_{(2+3)} + \varphi_{4i1} \cdot A_{4i} \cdot \dot{B}_{4i} \\ \text{bzw. } \dot{H}_1 &= \varphi_{1(2+3)} \cdot \dot{B}_{(2+3)} + \varphi_{14i} \cdot \dot{B}_{4i}.\end{aligned}\quad (4)$$

$\dot{E}_1$ ist die Eigenemission der Fläche A_1 :

$$\dot{E}_1 = \epsilon_1 \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_T + 273}{100} \right)^4 = 222166 \frac{\text{W}}{\text{m}^2}.\quad (5)$$

Dabei sind:

- ϵ_1 = Emissionskoeffizient des Tiegels,
- $\epsilon_1 = 0,64$,
- C_S = Strahlungskonstante des schwarzen Körpers,
- $C_S = 5,67 \text{ W/m}^2\text{K}^4$.

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt:

$$\begin{aligned}\dot{B}_{(2+3)} = \dot{B}_{4i} = \dot{E}_Q &= \epsilon_Q \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_W + 273}{4} \right)^4 \\ &= 22929 \text{ W/m}^2.\end{aligned}\quad (6)$$

Dabei ist

- ϵ_Q = Emissionskoeffizient des Quarzglases bei 653°C ,
- $\epsilon_Q = 0,55$.

Aus Gleichung (3) in Verbindung mit (4), (5) und (6) ergibt sich

$$\dot{B}_1 = 230338 \frac{W}{m^2}. \quad (7)$$

Der Nettoenergiestrom den das Segment 3 mit allen Flächen A_m ($m = 1, 2, 3, 4i$) in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S3} = A_3 \cdot (\dot{B}_3 - \dot{H}_3). \quad (8)$$

Die insgesamt von der Fläche A_3 ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$\dot{B}_3 = E_3 + r_Q \cdot \dot{H}_3. \quad (9)$$

Bei Vernachlässigung des Reflektionskoeffizienten des Quarzglases r_Q ergibt sich aus (9)

$$\dot{B}_3 = \dot{E}_3. \quad (10)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_3 auftreffende Strahlungsleistung ist

$$\begin{aligned} A_3 \cdot \dot{H}_3 &= \varphi_{13} \cdot A_1 \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{23} \cdot A_2 \cdot \dot{B}_2 + \varphi_{4i3} \cdot A_{4i} \cdot \dot{B}_{4i} + \varphi_{33} \cdot A_3 \cdot \dot{B}_3 \quad (11) \\ \text{bzw. } \dot{H}_3 &= \varphi_{31} \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{32} \cdot \dot{B}_2 + \varphi_{34i} \cdot \dot{B}_{4i} + \varphi_{33} \cdot \dot{B}_3. \end{aligned}$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt

$$\dot{B}_2 = \dot{B}_{4i} = \dot{B}_3 = \dot{E}_Q. \quad (12)$$

Aus Gleichung (8) in Verbindung mit (10), (11), (12), (6) und (7) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S3} = -802 \text{ W}. \quad (13)$$

Die auf die Fläche A_3 auftreffende Strahlungsleistung ist größer als die von ihr ausgesandte Strahlungsleistung.

Der Nettoenergiestrom, den das Segment 4i mit allen anderen Flächen A_m ($m = 1, 2, 3$) in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S4i} = A_{4i} \cdot (\dot{B}_{4i} - A \cdot \dot{H}_{4i}). \quad (14)$$

Dabei bedeutet A den korrigierten Absorptionsbeiwert des Quarzglases. Es wurde $A = 0,375$ angesetzt.

Die insgesamt von der Fläche A_{4i} ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$\dot{B}_{4i} = \dot{E}_{4i} + r_Q \cdot \dot{H}_{4i}. \quad (15)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_{4i} auftreffende Strahlungsleistung ist

$$\begin{aligned} A_{4i} \cdot \dot{H}_{4i} &= \varphi_{14i} \cdot A_1 \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{(2+3)4i} \cdot A_{(2+3)} \cdot \dot{B}_{(2+3)} \\ \text{bzw. } \dot{H}_{4i} &= \varphi_{14i} \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{4i(2+3)} \cdot \dot{B}_{(2+3)}. \end{aligned} \quad (16)$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt

$$\dot{B}_{4i} = \dot{B}_{(2+3)} = \dot{E}_Q. \quad (17)$$

Aus Gleichung (14) in Verbindung mit (15), (16), (17), (7) und (6) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S4i} = 138 \text{ W}. \quad (18)$$

Der Nettoenergiestrom den das Segment 4a mit der Fläche 5 in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S4a} = A_{4a} \cdot (\dot{B}_{4a} - A \cdot \dot{H}_{4a}), \quad (19)$$

wobei $A = 0,375$ der korrigierte Absorptionsbeiwert des Quarzglases ist.

Die insgesamt von der Fläche A_{4a} ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$\dot{B}_{4a} = \dot{E}_{4a} + r_Q \cdot \dot{H}_{4a}. \quad (20)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_{4a} auftreffende Strahlungsleistung ist

$$\begin{aligned} A_{4a} \cdot \dot{H}_{4a} &= \varphi_{54a} \cdot A_5 \cdot \dot{B}_5 \\ \text{bzw. } \dot{H}_{4a} &= \varphi_{4a5} \cdot \dot{B}_5. \end{aligned} \quad (21)$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt

$$\dot{B}_{4a} = \dot{B}_5 = \dot{E}_Q. \quad (22)$$

Aus Gleichung (19) in Verbindung mit (20), (21), (22), (7) und (6) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S4a} = 226 \text{ W}. \quad (23)$$

Der Nettoenergiestrom, den das Segment 5 mit den Flächen A_{4a} und A_5 in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S5} = A_5 \cdot (\dot{B}_5 - \dot{H}_5). \quad (24)$$

Die insgesamt von der Fläche A_5 ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$\dot{B}_5 = \dot{E}_5 + r_Q \cdot \dot{H}_5. \quad (25)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_5 auftreffende Strahlung ist

$$\begin{aligned} A_5 \cdot \dot{H}_5 &= \varphi_{4a5} \cdot A_{4a} \cdot \dot{B}_{4a} + \varphi_{55} \cdot A_5 \cdot \dot{B}_5 \\ \text{bzw. } \dot{H}_5 &= \varphi_{54a} \cdot \dot{B}_{4a} + \varphi_{55} \cdot \dot{B}_5. \end{aligned} \quad (26)$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt

$$\dot{B}_{4a} = \dot{B}_5 = \dot{E}_Q. \quad (27)$$

Aus Gleichung (24) in Verbindung mit (25), (26), (27), (7) und (6) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S5} = 153 \text{ W.} \quad (28)$$

Aus Gleichung (2) in Verbindung mit (13), (18), (23) und (28) ergibt sich der gesamte Strahlungsaustausch der As-Quelle

$$\dot{Q}_S = -285 \text{ W.} \quad (29)$$

Die auf die As-Quelle auftreffende Strahlungsleistung ist größer als die von ihr ausgesandte Strahlungsleistung.

Der Energiestrom $\dot{Q}_{LK}$, den die As-Quelle bzw. der As-Ofen in Form von Wärmeleitung und Wärmekonvektion zur Umgebung abgeben, setzt sich aus folgenden Anteilen zusammen:

- Wärmedurchgang $\dot{Q}_D$ von den Segmenten 3 und 5 über den As-Ofen zur Umgebung,
- Wärmeleitung und Wärmekonvektion $\dot{Q}'_{LK}$ von den Segmenten 4a und 5 zu der Umgebungsluft.

Für den Energiestrom $\dot{Q}_{LK}$ gilt die Beziehung

$$\dot{Q}_{LK} = \dot{Q}_D + \dot{Q}'_{LK}. \quad (30)$$

Der Wärmedurchgang $\dot{Q}_D$ ist

$$\dot{Q}_D = k \cdot A \cdot \Delta T, \quad (31)$$

- wobei
- k = Wärmedurchgangskoeffizient,
 - A = wärmedurchsetzte Fläche bzw. äußere Mantelfläche des As-Ofens,
 - A = $0,235 \text{ m}^2$,
 - ΔT = Temperaturdifferenz zwischen Quarzglaswand und Umgebung,
 - ΔT = $T_W - T_U = 628 \text{ K}$

sind. Zur Berechnung des Wärmedurchgangskoeffizienten k soll der Wärmeübergangskoeffizient α zur Umgebungsluft ermittelt werden. Dazu wurde zuerst die Temperatur an der Mantelfläche des As-Ofens auf $T_a = 80 \text{ }^\circ\text{C}$ iterativ abgeschätzt.

Dadurch ergibt sich die Stoffbezugstemperatur für die Umgebungsluft

$$\vartheta_{\text{St}} = \frac{\vartheta_{\text{a}} + \vartheta_{\text{U}}}{2} = 52,85^{\circ}\text{C}.$$

Für diese Temperatur ergeben sich folgende Stoffwerte für Luft:

- Wärmeleitfähigkeit $\lambda = 0,028 \text{ W/mK}$,
- kinematische Zähigkeit $\nu = 1,8 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$,
- Pr-Zahl $\text{Pr} = 0,711$.

Der räumliche Wärmeausdehnungskoeffizient der Luft ist

$$\beta = \frac{1}{273 + \vartheta_{\text{U}}} = 3,35 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}.$$

Zur Berechnung der Gr-Zahl wurden als charakteristische Länge die Höhe des As-Ofens $h = 0,25 \text{ m}$ und als Temperaturdifferenz $\Delta T = T_{\text{a}} - T_{\text{U}} = 55 \text{ K}$ angesetzt. Dadurch ergibt sich die Gr-Zahl zu

$$\text{Gr} = \frac{g \cdot \beta \cdot h^3 \cdot \Delta T}{\nu^2} = 8,82 \cdot 10^7.$$

Für die Nu-Zahl von senkrechten Wänden gilt bei freier Konvektion die Beziehung

$$\text{Nu} = \left\{ 0,825 + 0,387 (\text{Gr} \cdot \text{Pr} \cdot f_1(\text{Pr}))^{1/6} \right\}^2,$$

wobei die Funktion $f_1(\text{Pr})$ den Einfluß der Pr-Zahl im gesamten Bereich $0,001 < \text{Pr} < \infty$ berücksichtigt (J. Rheinländer 1988). Es ist $f_1(\text{Pr}) = 0,345$. Dadurch errechnet sich die Nu-Zahl zu

$$\text{Nu} = 53,09.$$

Für vertikalen Zylinder gilt speziell die Beziehung

$$\text{Nu}_Z = \text{Nu} + 0,97 \frac{h}{D},$$

wobei h = Höhe des Zylinders,
 h = 0,25 m,
 D = Durchmesser des Zylinders,
 $D = D_a = 0,3$ m

sind. Dadurch ergibt sich $Nu_Z = 53,89$.

Der Wärmeübergangskoeffizient ist dadurch

$$\alpha = Nu_Z \cdot \frac{\lambda}{h} = 6,03 \text{ W/m}^2\text{K}.$$

Der Wärmedurchgangskoeffizient k ergibt sich aus der Beziehung

$$\frac{1}{k} = \frac{D_a \cdot \ln \cdot (D_a/D_i)}{2 \cdot \lambda_{iso}} + \frac{1}{\alpha},$$

wobei D_a = äußerer Durchmesser des As-Ofens,
 D_a = 0,3 m,
 D_i = innerer Durchmesser des As-Ofens,
 D_i = 0,13 m,
 λ_{iso} = mittlere Wärmeleitfähigkeit der Isolation des As-Ofens,
 λ_{iso} = 0,07 W/mK,
 α = Wärmeübergangskoeffizient zur Luft,
 α = 9,1 W/m²K

sind. Der Wärmedurchgangskoeffizient ist dadurch

$$k = 0,511 \text{ W/m}^2\text{K}. \quad (32)$$

Aus Gleichung (31) in Verbindung mit (32) ergibt sich

$$\dot{Q}_D = 75 \text{ W}. \quad (33)$$

Die Wärmeleistung $\dot{Q}'_{LK}$, die durch Leitung und Konvektion von den Segmenten 4a und 5 zur Umgebungsluft abgegeben wird, ergibt sich aus der Beziehung

$$\dot{Q}'_{LK} = \alpha \cdot A \cdot \Delta T. \quad (34)$$

Dabei sind

- α = Wärmeübergangskoeffizient,
- A = Oberfläche der Segmente 4a und 5,
- $A = 0,03187 \text{ m}^2$,
- ΔT = Temperaturdifferenz zwischen Quarzglaswand und Umgebung,
- $\Delta T = 628 \text{ K}$.

Zur Berechnung dieser Wärmeleistung soll der Wärmeübergangskoeffizient α ermittelt werden. Die Stoffbezugstemperatur der Luft ist

$$\vartheta_{\text{st}} = \frac{\vartheta_{\text{W}} + \vartheta_{\text{U}}}{2} = 339 \text{ }^{\circ}\text{C}.$$

Für diese Temperatur ergeben sich folgende Stoffwerte für Luft:

- Wärmeleitfähigkeit $\lambda = 0,047 \text{ W/mK}$,
- kinematische Zähigkeit $\nu = 5,66 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$,
- Pr-Zahl $\text{Pr} = 0,711$.

Der räumliche Wärmeausdehnungskoeffizient der Luft ist

$$\beta = \frac{1}{273 + \vartheta_{\text{U}}} = 3,35 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}.$$

Zur Berechnung der Gr-Zahl wurde folgende charakteristische Länge angesetzt:

$$s = \frac{D_{\text{Qi}}}{2} = \frac{0,125 \text{ m}}{2} = 0,0625 \text{ m}.$$

D_{Qi} ist der innere Durchmesser des unteren Rezipient-Quarzglasrohres. Für die Gr-Zahl von senkrechten Kanälen und Rohren gilt die Beziehung

$$\text{Gr}_s = \frac{g \cdot \beta \cdot (\vartheta_{\text{W}} - \vartheta_{\text{E}}) s^3}{\nu^2} \frac{s}{h},$$

wobei ϑ_{E} die Temperatur des den Kanal eintretenden Mediums ist (W. Kast 1988). In diesem Fall wurde $\vartheta_{\text{E}} = \vartheta_{\text{U}}$ angesetzt. Dadurch ergibt sich

$$\text{Gr}_s = 6,29 \cdot 10^6.$$

Die Nu-Zahl ist

$$\text{Nu} = 0,52 \cdot (\text{Gr} \cdot \text{Pr})^{0,25} = 23,9.$$

Dadurch ergibt sich der Wärmeübergangskoeffizient

$$\alpha = \text{Nu} \frac{\lambda}{s} = 18 \text{ W/m}^2\text{K}. \quad (35)$$

Aus Gleichung (34) in Verbindung mit (35) errechnet sich der Wärmeabgabestrom zu

$$\dot{Q}'_{\text{LK}} = 360 \text{ W}. \quad (36)$$

Aus Gleichung (30) in Verbindung mit (33) und (36) ergeben sich die gesamten Wärmeverluste der As-Quelle in Form von Leitung und Konvektion zur Umgebung zu

$$\dot{Q}_{\text{LK}} = 435. \quad (37)$$

Aus Gleichung (1) in Verbindung mit (29) und (37) ergibt sich die erforderliche Heizleistung des As-Ofens zur Aufrechterhaltung der As-Gleichgewichtstemperatur (653°C) in der As-Quelle zu

$$\dot{Q} = 150 \text{ W}.$$

5.4. Heizleistung der Sichtheizung

Die Sichtheizung beheizt das Sichtrohr im Rezipient der HWC-Quarzglasapparatur, um dort eine die Sicht im Rezipient störende GaAs-Kondensation zu vermeiden. Die Berechnung wurde für die Anordnung der Abb. 5.7 durchgeführt. Dazu wurde das Sichtrohr in 3 Segmente geteilt.

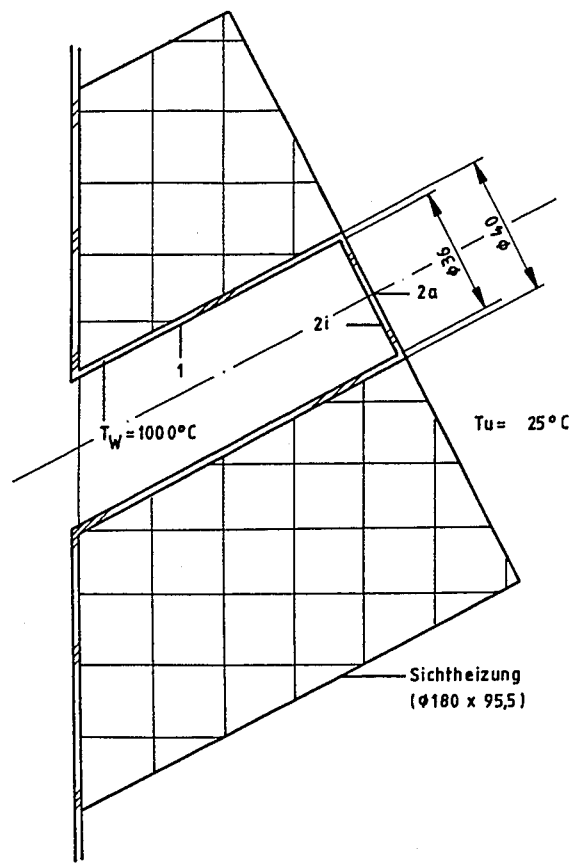


Abb. 5.7: Anordnung zur Berechnung der Heizleistung der Sichtheizung.

Für die Berechnung wurden folgende Randbedingungen angesetzt:

- Temperatur der Sichtrohrwandung $T_W = 1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$,
- Umgebungstemperatur $T_U = 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$,
- stationärer Zustand.

Die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ im Sichtrohr ist gleich dem Nettoenergiestrom $\dot{Q}$, den das Sichtrohr mit dem Inneren und mit der Umgebung in Form von Strahlung $\dot{Q}_S$, Leitung und Konvektion $\dot{Q}_{LK}$ austauscht. Für diese Heizleistung gilt die Beziehung:

$$\dot{Q} = \dot{Q}_S + \dot{Q}_{LK}. \quad (38)$$

Der gesamte Strahlungsaustausch des Sichtrohres setzt sich aus den Anteilen der drei Segmente dieses Bereichs zusammen:

$$\dot{Q}_S = \dot{Q}_{S1} + \dot{Q}_{S2i} + \dot{Q}_{S2a}. \quad (39)$$

Die Einstrahlzahlen φ_{ik} der verschiedenen Flächen wurden zu folgenden Werten berechnet:

$$\begin{aligned} \varphi_{11} &= 0,82 \\ \varphi_{21i} &= 0,97 \quad \varphi_{12i} = \varphi_{21i} \cdot \frac{A_{2i}}{A_1} = 0,091 \quad (\text{J.R. Howell 1982}). \end{aligned}$$

A_1 und A_{2i} sind die Oberflächen der zwei Segmente im Inneren des Sichtrohres nach Abb. 5.7.

Der Nettoenergiestrom, den die Fläche 1 mit allen Flächen A_m ($m = 1, 2i$) in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S1} = A_1 \cdot (\dot{B}_1 - \dot{H}_1). \quad (40)$$

Die insgesamt von der Fläche A_1 ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$\dot{B}_1 = \dot{E}_1 + r_Q \cdot \dot{H}_1. \quad (41)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_1 auftreffende Strahlungsleistung ist

$$\begin{aligned} A_1 \cdot \dot{H}_1 &= \varphi_{11} \cdot A_1 \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{21i} \cdot A_{2i} \cdot \dot{B}_{2i} \\ \text{bzw.} \quad \dot{H}_1 &= \varphi_{11} \cdot \dot{B}_1 + \varphi_{12i} \cdot \dot{B}_{2i}. \end{aligned} \quad (42)$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglas es gilt

$$\dot{B}_1 = \dot{B}_{2i} = \dot{E}_Q. \quad (43)$$

$\dot{E}_Q$ ist die flächenbezogene Eigenemission des Quarzglases:

$$\dot{E}_Q = \epsilon_Q \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_W + 273}{100} \right)^4 = 74450 \frac{W}{m^2}. \quad (44)$$

Dabei sind

$$\begin{aligned} \epsilon_Q &= \text{Emissionskoeffizient des Quarzglases,} \\ \epsilon_Q &= 0,5, \\ C_S &= \text{Strahlungskonstante des schwarzen Körpers,} \\ C_S &= 5,67 \text{ W/m}^2\text{K}^4. \end{aligned}$$

Aus Gleichung (40) in Verbindung mit (41), (42), (43) und (44) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S1} = 72 \text{ W}. \quad (45)$$

Der Nettoenergiestrom, den die Fläche A_{2i} mit der Fläche A_1 in Form von Strahlung austauscht, ist

$$\dot{Q}_{S2i} = A_{2i} \cdot (\dot{B}_{2i} - A \cdot \dot{H}_{2i}). \quad (46)$$

A bedeutet den korrigierten Absorptionsbeiwert des Quarzglases. Es wurde $A = 0,375$ angesetzt. Die insgesamt von der Fläche A_{2i} ausgesandte flächenbezogene Strahlungsleistung ist

$$B_{2i} = \dot{E}_{2i} + r_Q \cdot \dot{H}_{2i}. \quad (47)$$

Die insgesamt auf die Fläche A_{2i} auftreffende Strahlungsleistung ist

$$\begin{aligned} A_{2i} \cdot \dot{H}_{2i} &= \varphi_{12i} \cdot A_1 \cdot \dot{B}_1 \\ \text{bzw.} \quad \dot{H}_{2i} &= \varphi_{2i1} \cdot \dot{B}_1. \end{aligned} \quad (48)$$

Bei Vernachlässigung der Reflektion des Quarzglases gilt die Beziehung (43). Aus Gleichung (46) in Verbindung mit (47), (48), (43) und (44) ergibt sich

$$\dot{Q}_{S2i} = 48 \text{ W}. \quad (49)$$

Die von der Fläche A_{2a} zur Umgebung abgegebene Strahlungsleistung ist

$$\dot{Q}_{S2a} = A_{2a} \cdot \epsilon_Q \cdot C_S \cdot \left(\frac{T_W + 273}{100} \right)^4 = 93 \text{ W.} \quad (50)$$

Aus Gleichung (39) in Verbindung mit (45), (49) und (50) ergibt sich der gesamte Strahlungsaustausch des Sichtrohres zu

$$\dot{Q}_S = 213 \text{ W.} \quad (51)$$

Der Energiestrom $\dot{Q}_{LK}$, den das Sichtrohr in Form von Wärmeleitung und Wärmekonvektion in die Umgebung abgibt, setzt sich aus folgenden Anteilen zusammen:

- Wärmedurchgang $\dot{Q}_D$ von der Fläche 1 des Sichtrohres über die Isolation der Sichtheizung zu der Umgebung,
- Wärmeleitung und Konvektion $\dot{Q}'_{LK}$ von der Fläche 2a zur Umgebung.

Für den Energiestrom $\dot{Q}_{LK}$ gilt die Beziehung

$$\dot{Q}_{LK} = \dot{Q}_D + \dot{Q}'_{LK}. \quad (52)$$

Der Wärmedurchgang $\dot{Q}_D$ ergibt sich aus der Beziehung

$$\dot{Q}_D = k \cdot A \cdot \Delta T, \quad (53)$$

- mit
- k = Wärmedurchgangskoeffizient,
 - A = wärmedurchsetzte Fläche bzw. äußere Mantelfläche der Isolation der Sichtheizung,
 - $A = 0,054 \text{ m}^2$,
 - ΔT = Temperaturdifferenz zwischen Quarzglaswand und Umgebung,
 - $\Delta T = 975 \text{ K}$.

Zur Berechnung des Wärmedurchgangskoeffizienten k wurde der Wärmeübergangskoeffizient α zur Umgebungsluft von Segment 2 des Rezipienten der HWC-Quarzglasapparatur (Anordnung nach Abb. 5.3) aus Kap. 5.1.2. eingesetzt. Für den Wärmedurchgangskoeffizient k gilt die Beziehung

$$\frac{1}{k} = \frac{D_3 \cdot \ln \cdot (D_3/D_2)}{2 \cdot \lambda} + \frac{1}{\alpha},$$

wobei D_3 = äußerer Durchmesser der Isolation der Sichtheizung,
 D_3 = 0,18 m,
 D_2 = innerer Durchmesser der Sichtheizung,
 D_2 = 0,04 m,
 λ = mittlere Wärmeleitfähigkeit der Isolation der Sichtheizung,
 λ = 0,09 W/mK,
 α = Wärmeübergangskoeffizient zur Umgebungsluft,
 α = 9,77 W/m²K

sind. Dadurch errechnet sich der Wärmedurchgangskoeffizient zu

$$k = 0,62 \text{ W/m}^2\text{K}. \quad (54)$$

Aus Gleichung (53) in Verbindung mit (54) ergibt sich

$$\dot{Q}_D = 33 \text{ W}. \quad (55)$$

Die Wärmeleistung $\dot{Q}'_{LK}$, die durch Leitung und Konvektion vom Segment 2a zur Umgebung abgegeben wird, ist

$$\dot{Q}'_{LK} = \alpha \cdot A \cdot \Delta T. \quad (56)$$

Dabei sind α = Wärmeübergangskoeffizient zur Umgebungsluft,
 α = 9,77 W/m²K (aus Kap. 5.1.2.),
 A = wärmedurchsetzte Fläche A_{2a} ,
 A = $1,25 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$,
 ΔT = Temperaturdifferenz zwischen Quarzglaswand und Umgebung,
 ΔT = 975 K.

Dadurch ergibt sich aus Gleichung (56)

$$\dot{Q}'_{LK} = 12 \text{ W}. \quad (57)$$

Aus (52) in Verbindung mit (55) und (57) ergeben sich die gesamten Wärmeverluste der Sichtheizung in Form von Leitung und Konvektion zur Umgebung zu

$$\dot{Q}_{LK} = 45 \text{ W.} \quad (58)$$

Aus Gleichung (38) in Verbindung mit (51) und (58) ergibt sich die erforderliche Heizleistung der Sichtheizung zur Aufrechterhaltung der $T_w = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ in der Sichtrohrwandung zu

$$\dot{Q} = 258 \text{ W.}$$

5.5. Zusammenfassung der Ergebnisse der Wärmebilanz

Im größten Teil der berechneten Anordnung zur Wärmebilanz des Rezipienten der HWC-Quarzglasapparatur liegen die Temperaturen der Rezipientwand infolge der abgegebenen Wärme des Tiegels unterhalb der Betriebstemperatur von $700 \text{ }^\circ\text{C}$. Für die Segmente 1 ... 5 wurden für den Absorptionsbeiwert $A = 0,25$ des Quarzglases folgende Temperaturen berechnet:

$$\begin{aligned} T_1 &= 697 \text{ }^\circ\text{C}, \\ T_2 &= 327 \text{ }^\circ\text{C}, \\ T_3 &= 312 \text{ }^\circ\text{C}, \\ T_4 &= 181 \text{ }^\circ\text{C}, \\ T_5 &= 120 \text{ }^\circ\text{C}. \end{aligned}$$

Die Rezipientwandtemperatur nimmt mit steigender Absorption des Quarzglases für die auftreffende Strahlung zu. Zur Aufrechterhaltung der Betriebstemperatur müssen im Bereich des Rezipienten oberhalb und unterhalb des Tiegels Zusatzheizungen und/oder Isolationen eingesetzt werden.

Die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der GaAs-Schmelztemperatur im Tiegel wurde für verschiedene Absorptionsbeiwerte des Quarzglases und Betriebsarten im Bereich zwischen $\dot{Q}_T = 12128 \text{ W}$ und 12972 W berechnet.

Die erforderliche Heizleistung des As-Ofens zur Aufrechterhaltung der As-Gleichgewichtstemperatur ($653 \text{ }^\circ\text{C}$) in der As-Quelle wurde zu $\dot{Q} = 150 \text{ W}$ berechnet.

Die erforderliche Heizleistung der Sichtheizung zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ in der Sichtrohrwandung wurde zu $\dot{Q} = 258 \text{ W}$ berechnet. Dadurch wird eine einwandfreie Sicht im Rezipient während der Kristallzüchtung gewährleistet.

Außerdem wurde die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der HWC-Betriebstemperatur von $700 \text{ }^\circ\text{C}$ im Dombereich der Apparatur zu $\dot{Q} = 2744 \text{ W}$ berechnet (vgl. Kap. 4).

6. Entwicklung einer HWC–Metallapparatur zur industriellen Herstellung von GaAs–Einkristallen

6.1. Zielsetzung

Im Hinblick auf eine industrielle Anwendung des HWC–Verfahrens zur Herstellung von hochqualifizierten GaAs–Einkristallen sollte eine geeignete Produktionsanlage entwickelt werden. Die erstellte HWC–Quarzglasapparatur dient als wissenschaftliche Versuchsanlage hauptsächlich zum Nachweis der Herstellung von großdimensionierten und hochqualitativen GaAs–Einkristallen nach dem HWC–Verfahren und zur Untersuchung des Einflusses der verschiedenen Parameter des Kristallzuchtprozesses auf die Kristalleigenschaften.

Die gefragte GaAs–Produktionsanlage muß neben ihrer perfekten Produkte eine einfache Handhabung und eine hohe Sicherheit aufweisen. Sie muß leicht demontierbar und ohne großen Aufwand wiederverwendbar sein. Da metallische Werkstoffe generell eine bessere Handhabung und eine höhere Sicherheit im Vergleich zum Quarzglas aufweisen, sollte die Anlage aus geeigneten Metallen gebaut werden.

Die Spezifikation der Anlage lautet:

Kristalldurchmesser	3"
Kristalllänge	300 mm
Temperatur des Tiegelheizers	$T_H = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$
Betriebsdruck bzw. As–Gleichgewichtsdampfdruck (bei $T_{As} = 653\text{ }^{\circ}\text{C}$)	$p = p_{As} = 2\text{ bar}$
Rezipientwandtemperatur	$T_W = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$

Zur technischen Realisierung der Metallapparatur sollte zuerst ein geeignetes Anlagekonzept erstellt werden. Dabei entstehen durch die ungünstigen Betriebsbedingungen (As–Atmosphäre, Hochtemperatur) eine Reihe von technischen Problemen, die den Einsatz von konventioneller Technologie verhindern. Aus diesem Grund mußten die meisten Anlage–Komponenten entsprechend den herrschenden Bedingungen neu entwickelt und gründlich vor ihrem Einsatz auf ihre Funktionsfähigkeit, Handhabung, Reproduzierbarkeit und Sicherheit einzeln und in einer Testanlage integral getestet werden.

6.2. Anlagekonzept

Von ZBB und IFF des Forschungszentrums Jülich wurde das in Abb. 6.1 dargestellte Konzept einer GaAs-Metallapparatur erstellt. Nach diesem Konzept besteht die Anlage aus einem inneren beheizten Rezipient, in dem der Kristallzuchtprozeß stattfindet, und einem äußeren wassergekühlten Sicherheitsbehälter. Im Raum zwischen dem Rezipient und dem Sicherheitsbehälter, in dem eine Inertgasatmosphäre herrscht, sollten eventuell austretende Arsendämpfe abgefangen werden.

Der gesamte innere Rezipient ist mit einer Heizung, eventuell aus mehreren getrennten Heizkreisen bestehend, ummantelt, die für seine gleichmäßige Beheizung auf die Betriebstemperatur von 700 °C sorgt. Der Schmelztiegel wird durch einen ohmschen (eventuell segmentierten) Heizer, der den Tiegel ummantelt, beheizt. Für die Messung und Regelung der Temperatur im Rezipient sowie im Tiegel ist eine Reihe von Thermoelementen vorgesehen, die an verschiedenen Stellen des Rezipienten installiert werden sollen. Für die Temperaturregelung ist ein Regel- und Steuersystem erforderlich, das die Tiegelheizung in Abhängigkeit vom Prozeßablauf regeln kann.

Der Einbau einer Wasserkühlung direkt auf den Isoliermantel des Rezipienten soll für die Abfuhr der Heizleistung und für definierte Temperaturverhältnisse sorgen.

Durch eine Zieh- und Drehvorrichtung werden die Zieh- und Rotationsbewegungen der Ziehwellen erzeugt. Das erstellte Anlagekonzept ermöglicht den Einsatz sowie einer magnetisch gelagerten als auch einer mechanischen Zieh- und Drehvorrichtung. Bei eventuellem Einsatz der magnetischen Vorrichtung müssen die dadurch bedingten räumlichen, thermischen und materiellen Anforderungen eingehalten werden. Außerdem besteht u. U. die Notwendigkeit einer Hub- und Drehbewegung des Schmelztiegels, die im Anlagekonzept nicht dargestellt wird, die sowohl mit einer mechanischen als auch mit einer magnetisch gelagerten Vorrichtung realisiert werden kann.

Aufgrund der Notwendigkeit der Aufrechterhaltung der Stöchiometrie in der Schmelze sowie aus Sicherheitsgründen ist die direkte Druckaufnahme mit Hilfe eines geeigneten Druckmeßsystems im Rezipient notwendig. Danach kann der As-Gleichgewichtsdampfdruck in der As-Quelle eingestellt werden. Sie soll ständig genau auf die entsprechende As-Gleichgewichtstemperatur beheizt werden. Die As-Quelle muß außerhalb des Rezipienten eingebracht und separat beheizt werden. Dadurch erfolgt eine Entkopplung von den thermischen Verhältnissen im Rezipient, die für eine genaue Regelung der As-Quelle entscheidend ist. Außerdem kann nach der Beendigung des Ziehvorganges durch separates Abkühlen der As-Quelle, während im Rezipient noch die Betriebstemperatur herrscht, eine Kondensierung des gesamten gasförmigen Arsens in der As-Quelle erreicht werden.

Ein separates Hochtemperaturventil sperrt den Rezipient hermetisch ab. Das Ventil muß wie alle anderen As-berührten Teile auf 700 °C heizbar sein.

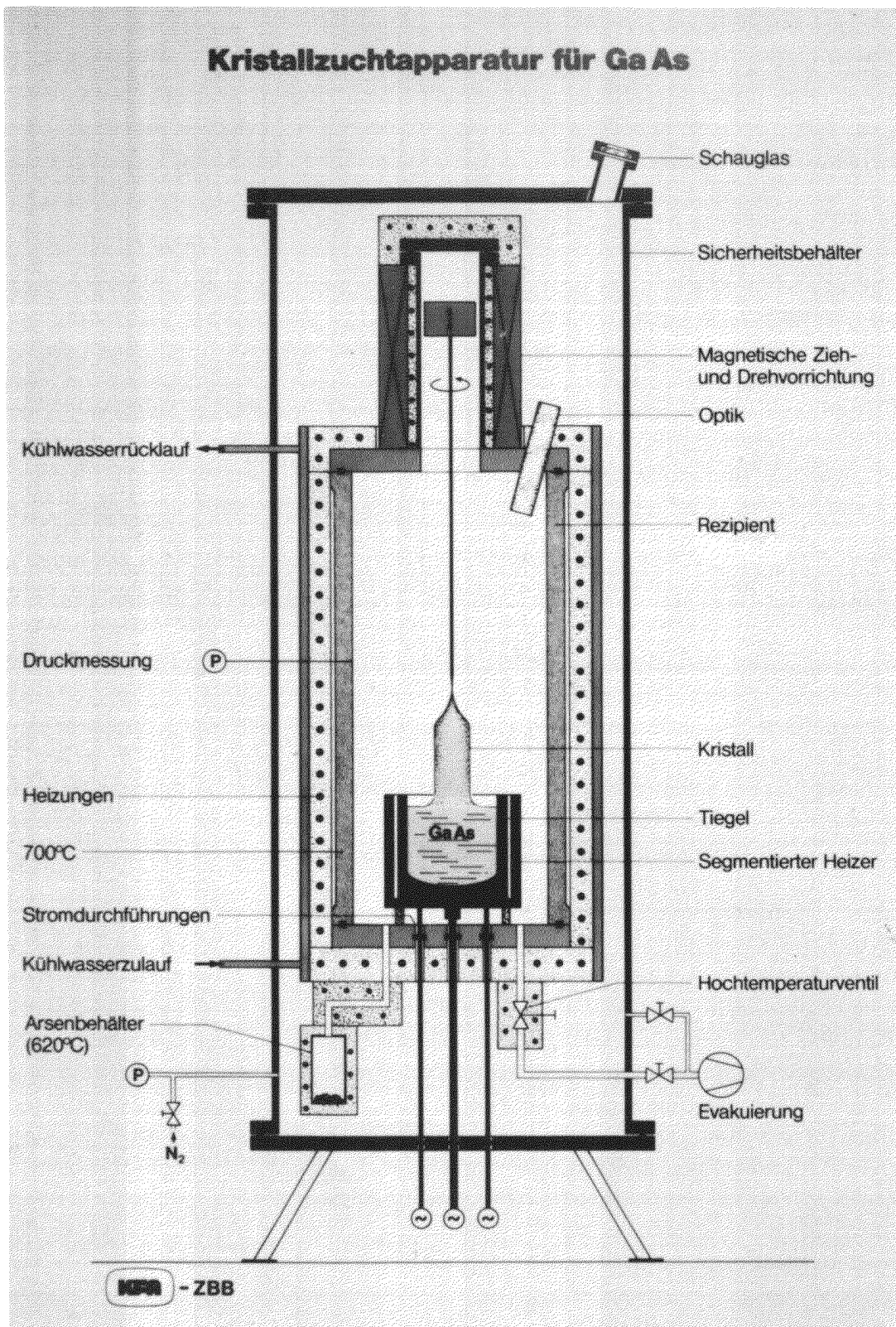


Abb. 6.1: Technisches Konzept einer metallischen GaAs-Kristallziehapparatur.

Vor dem Prozeßbeginn wird der Kristallzuchtraum mehrmals mit Inertgas gespült und anschließend durch eine Vakuumvorrichtung, die außerhalb der Anlage liegt, evakuiert. Dadurch soll eine hohe Reinheit des Kristallzuchtraums erreicht werden, was eine wichtige Voraussetzung zur Herstellung von reinem Material hoher Perfektion ist.

6.3. Basis-Probleme

Die grundsätzlichen Probleme der Entwicklung einer HWC-Apparatur, die aufgrund der ungünstigen Betriebsbedingungen entstehen, wurden im Kap. 3.2. beschrieben. Diese werden nun angesichts der technischen Realisierung einer HWC-Metallapparatur nach dem beschriebenen Anlagekonzept spezifiziert.

Die Schlüsselrolle spielt dabei die Auswahl eines geeigneten metallischen Werkstoffs für den inneren Rezipient und die zugehörigen Komponenten. Dieser Werkstoff muß die gestellten Anforderungen an As-Resistenz, Hochwarmfestigkeit (mind. bis 700 °C) und Verarbeitbarkeit (u.a. Eignung zum Schweißen) erfüllen. Bei Mangel an solchen Werkstoffen könnten eventuell hochwarmfeste metallische Werkstoffe (z.B. Inconel), die mit As-schützenden Materialien (z.B. B_2O_3) ausreichend beschichtet sind, eingesetzt werden. In diesem Fall sollte die Haftbarkeit und die Beständigkeit der korrosionsschützenden Schichten bei hohen Temperaturen in Vorversuchen festgestellt werden. Dazu ist eine methodische Untersuchung aller möglichen Werkstoffe erforderlich, wobei in erster Linie As-Korrosionstests durchgeführt werden sollen.

Von gleicher Bedeutung ist eine hohe Dichtheit des Rezipienten, die gewünschte Leckrate liegt bei etwa $10^{-5} - 10^{-6}$ mbar·l·s⁻¹. Es müssen As- und hochtemperaturbeständige Dichtungen an allen Flanschen und Durchführungen eingesetzt werden. Hierfür könnte an vielen Stellen eine Art hydroviskoser Dichtung mit geschmolzenem Boroxid verwendet werden. Das Bortrioxid (B_2O_3), es wird auch einfach Boroxid genannt, wird als Arsendampfsperre im LEC-Verfahren verwendet.

Dazu sollen folgende Komponenten entwickelt werden:

- hydroviskose Dichtung für die Trennstellen des Rezipienten,
- mechanische Dreh- und Ziehvorrichtung,
- gasdichte Hochtemperatur-Stromdurchführung für den Tiegelheizer,
- Hochtemperaturventil zum Absperren des Rezipienten,
- Druckmeßsystem zur Erfassung des As-Dampfdruckes im Rezipient,
- Optik zur Überwachung des Ziehvorganges.

Darüberhinaus sollte die Art der Heizung, der Isolation und der Kühlung definiert, sowie ihre Größenordnung dimensioniert werden, damit einerseits der Aufbau der erforderlichen Temperaturfelder im Rezipient gewährleistet wird und andererseits eine Überhitzung des Rezipienten und eine Überlastung der einzelnen Heizkreise vermieden wird. Zu diesem Zweck sollten die thermischen Verhältnisse im Rezipient rechnerisch und experimentell mit Hilfe einer geeigneten Testeinrichtung ermittelt werden. Zur Steuerung des Ziehvorganges sollte ein geeignetes Temperaturmeß- und Regelsystem entwickelt werden.

Bei dieser Anlage, die der Prototyp einer Produktionseinheit sein sollte, muß eine hohe Sicherheit und eine einfache Handhabung und Zugänglichkeit gewährleistet werden. Ferner sollte der vollautomatisierte Betrieb der Anlage entwickelt werden.

6.4. Entwurf einer HWC-Metallapparatur

In Abb. 6.2 wird der Entwurf einer HWC-Metallapparatur nach dem beschriebenen Anlagekonzept maßstäblich dargestellt. Dieser Entwurf basiert auf der in der ZBB des Forschungszentrums Jülich vorhandenen Hard- und Software im Gebiet der Entwicklung von GaAs-Kristallziehapparaturen. Die Apparatur ist für die Züchtung von Kristallen mit einem Durchmesser von 3" und einer Länge von 300 mm dimensioniert. Die Bauteile der Apparatur werden in ihrer originalen Größe dargestellt.

Der Rezipient hat zwei Trennstellen (obere und untere), wodurch er in den Rezipient-Mittelteil und die beiden Dichtdeckel geteilt wird. Oberhalb der oberen Trennstelle befindet sich der Rezipient-Oberteil. Die beiden Deckel sollen zusammen mit den Rezipientflanschen den Rezipient abdichten. Dazu wird eine hydroviskose Dichtung mit geschmolzenem Boroxid eingesetzt. Hierfür befindet sich an beiden Dichtstellen des Rezipienten ein beheizbares, ringförmiges Boroxidbad. Der Einsatz der B_2O_3 -Dichtung setzt ein bei ca. 500 °C oxidationsbeständiges Material für den Rezipient voraus, da zur Montage bzw. Demontage die Trennstellen des Rezipienten bei geöffnetem Sicherheitsbehälter (Anwesenheit des atmosphärischen Sauerstoffs) über die B_2O_3 -Schmelztemperatur von 450 °C beheizt werden müssen.

Die experimentelle Erprobung dieser Art von Abdichtung hat bei dem entwickelten Ventil eine hohe Dichtheit nachgewiesen. Die Helium-Leckrate des B_2O_3 -abgedichteten Ventilsitzes betrug bei 650 °C weniger als $1 \cdot 10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$. Das Boroxid bietet zusätzlich einen hohen Korrosionsschutz vor Arsen an. Aus diesen Gründen bestehen alle statischen und dynamischen Dichtungen der Apparatur aus geschmolzenem Boroxid. Alternativ könnten als statische Dichtungen Graphit-Flachdichtungen oder Metaldichtringe eingesetzt werden. Damit ist aber mit einer viel niedrigeren Dichtheit zu rechnen.

Bei Dichtheitsuntersuchungen von Graphit-Dichtungen wurden As-Leckraten zwischen $10^{-3} - 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ bei einer Prüftemperatur von 620°C gemessen, wobei der Durchmesser der untersuchten Dichtungen um Faktor 5 kleiner im Vergleich zum Durchmesser der im Rezipient abzudichtenden Stellen war (U. Groke 1991). Der Durchmesser der Dichtstelle spielt für die erreichbare Dichtheit eine entscheidende Rolle.

Die Entfernung des Kristalls und die Beschickung mit neuer GaAs-Charge erfolgt durch die obere Trennstelle des Rezipienten. Dazu soll die entsprechende Trennstelle des Sicherheitsbehälters geöffnet werden. Um die zur Durchführung dieser Arbeiten erforderliche Zugänglichkeit zu gewährleisten, wird der Teil der Apparatur unterhalb der geöffneten Trennstelle durch ein Hubgestell in der Basis der Apparatur entsprechend abgesenkt. Der Teil der Apparatur oberhalb der geöffneten Trennstelle bleibt dabei in seiner Lage fixiert. Der obere Deckel des Rezipienten und der Sicherheitsbehälter werden aus diesem Grund an der Raumdecke gehalten. Diese Halterung wird so gelagert, daß sie in axialer Richtung flexibel ist. Dadurch wird eine Verlängerung des Rezipienten aufgrund der thermischen Ausdehnung bei Betriebstemperatur nach oben ermöglicht, um eine dabei unzulässige Beanspruchung der Apparatur zu vermeiden. Diese einachsige Bewegungsfreiheit ist auch bei der Montage der Apparatur erforderlich, wobei das Apparatur-Unterteil durch das Hubgestell in seiner Anfangslage angehoben wird.

Die untere Trennstelle des Rezipienten soll meistens geschlossen bleiben. Sie wird nur für eventuelle Wartungs- bzw. Reinigungsarbeiten im unteren Teil des Rezipienten geöffnet. Das gleiche gilt für die übrigen Trennstellen des Sicherheitsbehälters, außer der an der oberen Trennstelle des Rezipienten nahliegenden.

Am oberen Deckel des Rezipienten wird die As-Quelle durch ein Verbindungsrohrstück mit kleinem inneren Durchmesser angeschlossen. Sie wurde für die erforderliche Menge von festem Arsen zum Aufbau des stöchiometrischen As-Dampfdruckes im Rezipient dimensioniert. Die As-Quelle wird separat beheizt. Da sie bei jedem Versuch neu beladet werden muß, wird sie im Bereich der oberen Trennstelle eingebaut.

Das Druckmeßsystem zur Erfassung des As-Dampfdruckes wird am Rezipient angeschlossen. Die Meßsignale dieses Systems dienen zur Regelung der Heizung der As-Quelle. Bei diesem System erfolgt die Druckaufnahme durch eine empfindliche metallische Membrane, die mit B_2O_3 vor Arsen geschützt wird. Das Druckmeßsystem wird ebenfalls mit geschmolzenem Boroxid abgedichtet. Es befindet sich zur Zeit im Endstadium der Entwicklung.

Zur optischen Überwachung des Ziehvorgangs kann ein beheizbares Schauglas oder ein Quarzglasstab, der möglichst nah zur wärmestrahrenden GaAs-Schmelze geführt wird, eingesetzt werden. Ein Sichtfenster wird in der entsprechenden Stelle des oberen Deckels des Sicherheitsbehälters eingebaut.

Im Rezipient-Oberteil befindet sich eine mechanische, gasdichte Hochtemperatur-Zieh- und Drehvorrichtung. Das Rezipient-Oberteil wird durch eine ummantelte Heizung auf

Betriebstemperatur (700 °C) beheizt. Die Antriebselemente der Wellen der mechanischen Vorrichtung befinden sich außerhalb des heißen Bereichs, oberhalb der Apparatur. Zur Auslegung des Dombereichs der HWC-Metallapparatur in Verbindung mit der mechanischen Vorrichtung sind nicht die räumlichen, thermischen und materiellen Einschränkungen, wie in der magnetischen Vorrichtung, einzuhalten. Das Rezipient-Oberteil wird auf den oberen Deckel dicht verschweißt.

In der unteren Hälfte des Rezipienten-Mittelteils ruht der GaAs-Schmelztiegel mit einem Durchmesser von 150 mm. Er wird in seiner Sollage, die durch die Bauhöhe des Heizers und der Stromdurchführungen bestimmt wird, durch eine Haltevorrichtung gehalten.

Der Schmelztiegel wird von einem Ohmschen-Graphitheizer, der mäanderförmig angeordnet ist, ummantelt. Der eingesetzte Graphitheizer wird in Abb. 6.3 dargestellt. Der Heizer wird an den Graphit-Elektroden von drei speziell entwickelten, gasdichten Hochtemperatur-Stromdurchführungen angeschlossen, die durch den unteren Deckel in den Rezipient eindringen. Dadurch stellt der Tiegelheizer elektrisch eine Drehstrom-Dreiecksschaltung dar. Die Anzahl und die Abmessungen der Stromdurchführungen wurden unter Berücksichtigung der herrschenden Platzverhältnisse im unteren Teil der Apparatur so ausgelegt, daß eine optimale Übertragung der erforderlichen elektrischen Leistung zum Einspeisen des Tiegelheizers gewährleistet wird. Dabei soll die Verlustleistung der Stromdurchführungen möglichst klein gehalten werden. Außerdem muß eine unzulässige thermische Beanspruchung der Stromdurchführungen stets vermieden werden.

Darüberhinaus wird durch die Auslegung des unteren Deckels des Rezipienten ein eventueller Einsatz einer Dreh- und Hubvorrichtung des Schmelztiegels ermöglicht.

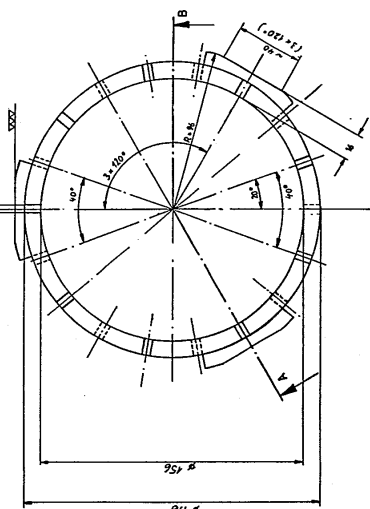
Um eine Überhitzung des Rezipienten zu vermeiden und die Wärmeverlustleistung durch die Wärmestrahlung des Tiegels und des Tiegelheizers zu vermindern, werden im Rezipient und insbesondere in der Umgebung des Tiegels Strahlungsschilde eingebracht. Die Anzahl und die Anordnung der Strahlungsschilde wurde mittels einer Berechnung der thermischen Verhältnisse im Rezipient bestimmt.

Die Größenordnung der Bauhöhe des Rezipient-Mittelteils entsteht mit 700 – 800 mm wie folgt:

- Höhe der Graphit-Elektrode der Stromdurchführungen im Rezipient: 175 mm,
- Bauhöhe des Tiegelheizers: 250 mm,
- Gewünschte Kristalllänge: 300 mm.

Am unteren Deckel des Rezipienten wird die Rohrleitung zur Evakuierungsvorrichtung angeschlossen. In dieser Rohrleitung wird das Hochtemperaturventil eingebaut, das den Rezipient nach ausreichendem Spülen mit Inertgas und Evakuieren hermetisch sperrt.

Schnitt A - B

[illegible]

Das Ventil wird mit Boroxid abgedichtet. Die Rohrleitung bis zum Ventil und das Ventil müssen auf Betriebstemperatur (700 °C) beheizt werden, da sie mit dem gasförmigen Arsen in Kontakt kommen. Als zusätzliche Sicherheit wird ein Absperrventil an einer kalten Stelle vor dem Eingang zur Vakuumpumpe eingebaut.

Der Rezipient stützt sich durch vier Keramikstutzen auf einer runden Platte ab, die mit einer Bohrung zur Durchführung der Stromdurchführungen und der Evakuierungsrohrleitung versehen ist. Die Keramikstutzen dienen zur Reduzierung der Wärmeleitung zwischen Deckel und Platte.

Die Platte wird durch vier Beine mit dem unteren Deckel des Sicherheitsbehälters verbunden. Die Höhe der Beine wird hauptsächlich durch die Bauhöhe des Hochtemperaturventils bedingt. Der Deckel des Sicherheitsbehälters stützt sich auf das Hubgestell der Apparatur. Alle Wasser- und Stromleitungen sollen durch den unteren Deckel des Sicherheitsbehälters gasdicht nach außen durchgeführt werden.

Zum Aufheizen der gesamten Apparatur auf Betriebstemperatur sind mindestens zwölf getrennte Heizkreise erforderlich, die wie folgt verteilt werden:

- Rezipient-Oberteil (Dom-Bereich) (1),
- As-Quelle (1),
- beheiztes optisches System (1),
- oberer Dichtdeckel des Rezipienten (1),
- Heizring der oberen Trennstelle des Rezipienten (1),
- Rezipient-Mittelteil (2),
- Tiegel-Heizer (1),
- Heizring der unteren Trennstelle des Rezipienten (1),
- unterer Dichtdeckel des Rezipienten (1),
- Evakuierungsrohrleitung (1),
- Hochtemperaturventil (1).

In Klammer wird die Anzahl der Heizkreise angegeben. Darüberhinaus kann die Anzahl der separaten Heizkreise im Hinblick auf eine optimale Beherrschung der thermischen Verhältnisse im Rezipient noch vergrößert werden. Alle Heizkreise werden mit entsprechender Anzahl von Meß- und Regelthermoelementen versehen, so daß eine optimale Steuerung dieser Heizkreise in Verbindung mit einem geeigneten Regelsystem ermöglicht wird.

Zur Unterdrückung der Wärmeverluste werden der gesamte Rezipient sowie die Evakuierungsrohrleitung und das beheizte Teil des Absperrventils ausreichend isoliert. Es sollen Isolierplatten mit niedriger Wärmeleitfähigkeit ($\lambda = 0,04 \text{ W/mK}$), wie bei der Domheizung der HWC-Quarzglasapparatur, eingesetzt werden, die eine wirksame Unterdrückung der Wärmeverluste bei geringen Isolierschicht-Dicken ermöglichen. Dadurch kann bei dem für die Isolation des Rezipienten erforderlichen Raum gespart werden, was zu einer Reduzierung der Baugröße des Sicherheitsbehälters beiträgt.

Der wassergekühlte Sicherheitsbehälter umschließt den inneren Rezipient mit allen As-berührten Komponenten, wie z.B. As-Quelle, Hochtemperaturventil, Stromdurchführungen etc. Der Sicherheitsbehälter dient zu folgenden Zwecken:

- Im gasdichten Sicherheitsbehälter werden eventuell austretende As-Dämpfe abgefangen. Sie lagern sich an den wassergekühlten Wänden ab. Zusätzlich kann das Innere des Sicherheitsbehälters während des Betriebes mit einem Inertgas gespült werden, das anschließend in geeigneten Filtern (Klasse S) bzw. mittels eines geeigneten naß-chemischen Verfahrens gereinigt wird. Der Innenraum des Sicherheitsbehälters wird zusätzlich mit einem As_2O_3 -Dosimeter überwacht.
- Die Wasserkühlung des Sicherheitsbehälters führt die gesamte vom Rezipient über die Isolation nach außen übertragende Verlustwärme ab. Dazu sorgt sie für definierte Temperaturverhältnisse in der Umgebung des Rezipienten.
- Durch die Inertgasatmosphäre im Inneren des Sicherheitsbehälters kann der Überdruck des Rezipienten ständig ausgeglichen werden. In diesem Fall kann die Druckdifferenz zwischen Innerem und Äußerem des Rezipienten möglichst klein gehalten werden. Durch diese Maßnahme wird die Belastung der Dichtungen wesentlich verringert bzw. die Dichtheit der Rezipienten erhöht.

Im Sicherheitsbehälter werden drei Trennstellen vorgesehen, so daß die erforderliche Zugänglichkeit für die Be- und Entladung des Rezipienten sowie für Wartungs- und Reinigungsarbeiten in der Apparatur gewährleistet wird. Diese Trennstellen können mit den üblichen Methoden, wie z.B. O-Ringe aus Viton, abgedichtet werden, da sie nicht thermisch belastet werden. Sie befinden sich bei Raumtemperatur.

Die Apparatur sollte in einem geschlossenen Raum, der mit einem Abzug ausgerüstet ist, unter leichtem Unterdruck betrieben werden. Die Luft sollte in diesem Raum mit As_2O_3 -Dosimeter überwacht werden. Der Kristallzüchtungsprozeß kann von einem getrennten Nebenraum gesteuert werden.

6.5. Komponenten-Entwicklung für die HWC-Metallapparatur

Im folgenden werden die speziell für eine HWC-Metallapparatur entwickelten Komponenten beschrieben. Diese Komponenten sind die wichtigsten Bestandteile der konzi-

pierten Apparatur. Die Entwicklung fand in der ZBB des Forschungszentrums Jülich statt.

6.5.1. Hydroviskose Dichtung der Trennstellen des heißen Rezipienten

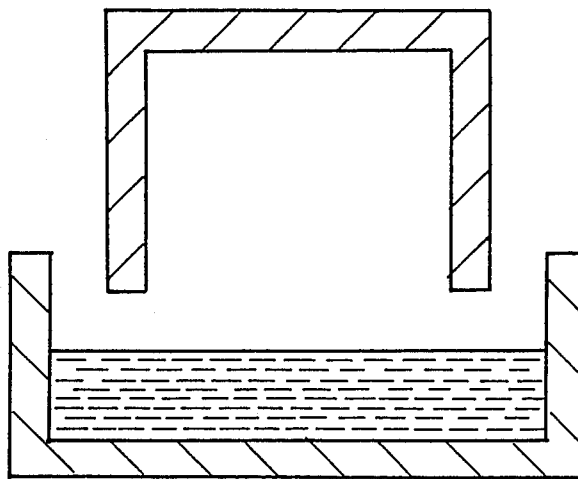
6.5.1.1. Prinzip

Eine hydroviskose Dichtung besteht aus zwei metallisch dichtenden Flächen ("flache Dichtung") zwischen denen eine hochviskose Flüssigkeit als zusätzlich dichtendes Medium eingesetzt wird. Prinzipiell kann diese Art von Dichtung als ein System erläutert werden, das aus einer Wanne, die mit der dichtenden Flüssigkeit teilweise gefüllt ist, und einem oberen glockenförmigen Teil besteht, s. Abb. 6.4.

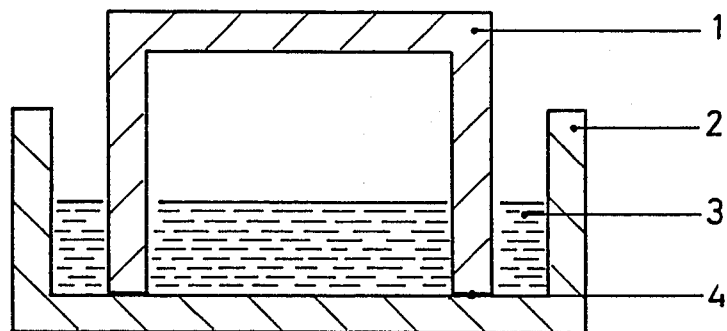
Im geöffneten Zustand befindet sich die gesamte Glocke oberhalb der Oberfläche der dichtenden Flüssigkeit. Das System ist geschlossen, wenn die Glocke fest auf der Wanne angepreßt ist. Die flache Dichtung befindet sich dabei in der Flüssigkeit. Der Raum innerhalb der Glocke ist dadurch abgesperrt. Bei einseitiger Druckeinstellung wird der Druck erst auf die dichtende Flüssigkeit ausgeübt. Diese kann aber aufgrund ihrer hohen Viskosität nicht oder nur geringfügig durch die gegeneinander liegenden Flächen strömen.

Mit dieser Anordnung kann der Raum innerhalb der Glocke sowie bei innerem als auch bei äußerem Überdruck hermetisch abgesperrt werden. Voraussetzung für die Dichtheit des Systems ist, daß der Spiegel der dichtenden Fläche während der Standzeit oberhalb der dichtenden Fläche bleibt. Dafür müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

- Das dichtende Medium muß eine hohe Viskosität bei der Einsatztemperatur aufweisen. Dadurch können auch bei eventuell vorhandenen kleinen Lecks in der dichtenden Fläche die Leckraten des dichtenden Mediums, die sich als Funktion der reziproken Viskosität des Mediums ($\dot{V} \sim \frac{1}{\eta}$) ergeben, zu unwesentlich kleinen Werten reduziert werden.
- In der druckbeaufschlagten Seite der Dichtung muß ein ausreichender Vorrat vom dichtenden Medium für den Fall von Undichtheiten vorhanden sein. Dazu soll das dichtende Medium keinen beträchtlichen Dampfdruck bei Einsatztemperatur aufweisen.
- Die dichtenden Flächen müssen möglichst glatt und planparallel senkrecht zur Achse bearbeitet werden. Die kleinen Lecks, die auf jeder technischen Oberfläche aufgrund ihrer Restrauigkeit vorhanden sind, sollen möglichst vermindert werden. Darüberhinaus soll beim Schließen des Systems eine gleichmäßige feste Anpressung der dichtenden Fläche angestrebt werden.



a)



b)

Abb. 6.4: Prinzip einer hydroviskosen Dichtung

a) im geöffneten und b) im geschlossenen Zustand.

1. Dichtglocke, 2. Wanne, 3. dichtende Flüssigkeit, 4. dichtende Flächen

Eine zusätzliche Funktion des dichtenden Mediums soll beim Einsatz der Dichtung in GaAs-Kristallziehapparaturen der Schutz der dichtenden Flächen vor dem korrosiven Arsendampf sein.

Bei der Entwicklung der hydroviskosen Dichtung für eine GaAs-Kristallziehapparatur wurde geschmolzenes Boroxid (B_2O_3 -Schmelztemperatur: 450°C) als dichtendes Medium ausgewählt. Geschmolzenes Boroxid bietet eine ausreichende Sperrwirkung gegen Arsendampf an. Dazu weist wasserfreies Boroxid eine hohe Viskosität bei der Einsatztemperatur von 700°C auf, $\eta_{\text{B}_2\text{O}_3(700^\circ\text{C})} = 790$ Poise. Es gilt folgendes Verhältnis zwischen der dynamischen Viskosität des Boroxids und des Wassers:

$$\frac{\eta_{\text{B}_2\text{O}_3(700^\circ\text{C})}}{\eta_{\text{H}_2\text{O}(20^\circ\text{C})}} = 7,9 \cdot 10^4.$$

Der Dampfdruck von B_2O_3 ist bei Einsatztemperatur noch unbedeutend klein.

Die Funktionsfähigkeit der hydroviskosen Dichtung mit geschmolzenem Boroxid wurde erst bei dem entwickelten Hochtemperaturventil für die HWC-Metallapparatur bewiesen. Dabei wurde eine einfache, metallische, flache Dichtung mit einem mittleren Durchmesser von 40 mm, die alleine nicht wasserdicht ist, durch den Einsatz des dichtenden Mediums in ein heliumdichtes Absperrsystem umgewandelt (K. Karagiannakos 1988).

6.5.1.2. Aufbau

In Abb. 6.5 wird das Mittelteil des Rezipientbehälters der HWC-Metallapparatur schematisch dargestellt. Er besteht aus zwei B_2O_3 -abgedichteten Trennstellen.

Der Rezipient muß im kalten Zustand vor dem Beginn bzw. nach der Beendigung des Kristallzuchtprozesses geschlossen bzw. geöffnet werden. Das dichtende Medium Boroxid befindet sich bei diesen Temperaturen im erstarrten Zustand. Um eine Montage bzw. Demontage beim kalten Rezipient zu ermöglichen, muß das dichtende Boroxidbad separat beheizbar sein.

In beiden Trennstellen ist jeweils ein ringförmiges Boroxidbad ausgeführt. Dieses Boroxidbad wird bei der oberen Trennstelle im oberen Dichtflansch bzw. bei der unteren Trennstelle im unteren Dichtdeckel eingebaut. In der Mitte des Boroxidbades befindet sich die Heizung zum Schmelzen des Boroxids in Form eines separaten, austauschbaren, heizbaren Dichtringes. Die dichtenden Flächen bilden sich bei zusammengefügtter Trennstelle an den beiden Stirnseiten des heizbaren Dichtringes. Die Abbildungen 6.6 und 6.7 geben einen detaillierten Einblick des Schemas der beiden Trennstellen. Hierbei wird ersichtlich, daß die Geometrie der hydroviskosen Dichtung beider Trennstellen gleich ist.

Bei geöffneter Trennstelle soll der Dichtring vollständig durch das Boroxid abgedeckt sein. Im zusammengefügtten Zustand steigt der Boroxid-Spiegel gleich innerhalb und

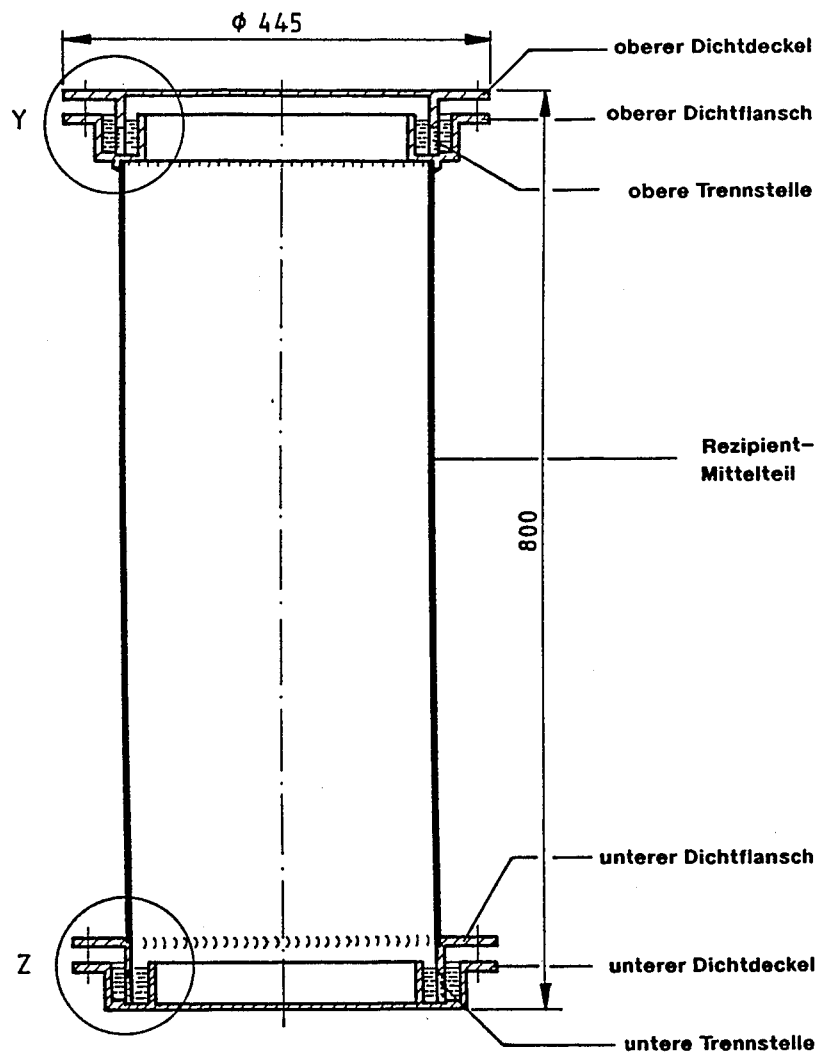


Abb. 6.5: Rezipient-Mittelteil der HWC-Metallapparatur (K. Axmacher 1991).

außerhalb des Dichtringes entsprechend dem verdrängten Volumen im Boroxidbad. Für die Dichtheit der Trennstelle sind die Boroxid-Mengen maßgebend, die sich oberhalb der dichtenden Flächen auf beiden Seiten des Dichtringes als Sicherheitsvorrat bilden. Bei einem äußeren Überdruck im Rezipient (z.B. beim Evakuieren) wird das Boroxid außerhalb des Dichtringes beaufschlagt. Während des Kristallzuchtprozesses wirkt der As-Dampfdruck auf das innere Boroxidbad der Trennstellen.

Die Sicherheitsvorräte müssen für mindestens eine Kristallziehperiode, die die Montage der Anlage, den Aufheizvorgang, den Kristallzuchtprozeß, den Abkühlvorgang und die

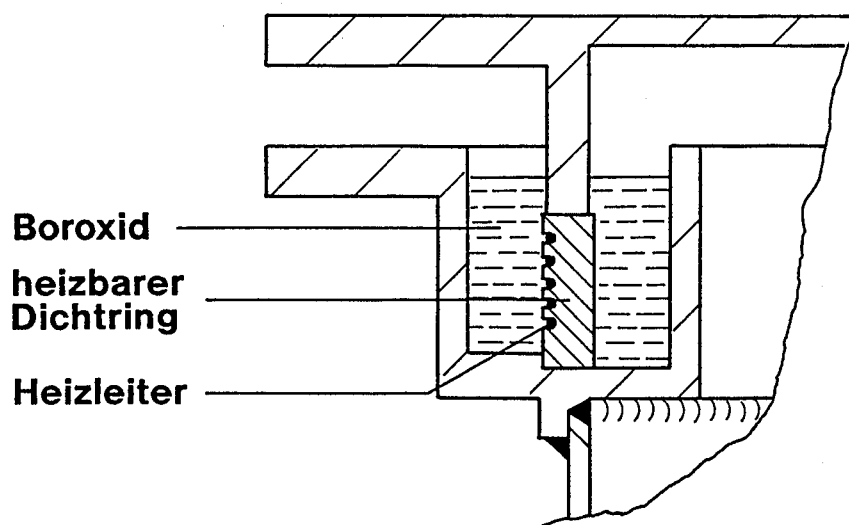


Abb. 6.6: Obere Trennstelle des Rezipienten (Einzelheit Y) (K. Axmacher 1991).

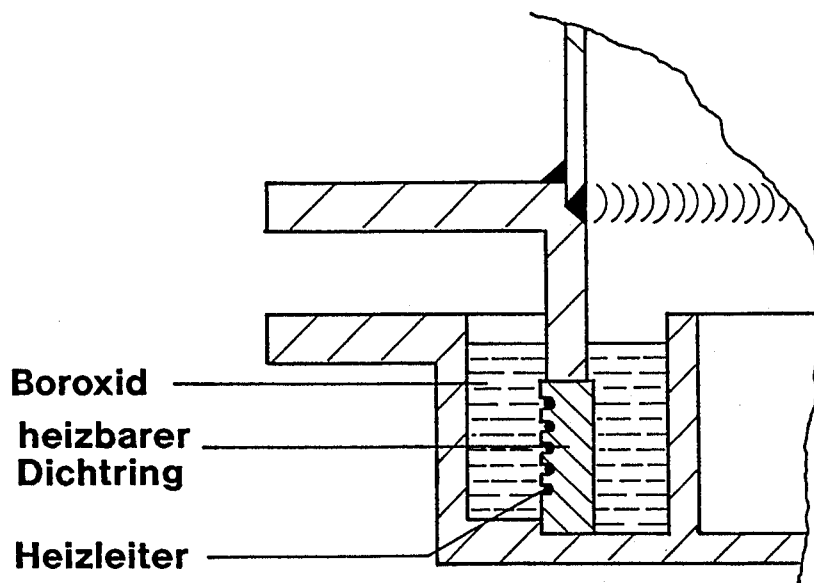


Abb. 6.7: Untere Trennstelle des Rezipienten (Einzelheit Z) (K. Axmacher 1991).

Demontage der Anlage beinhaltet, ausreichen. Zur Bestimmung des erforderlichen Sicherheitsvorrates an Boroxid sollen die Leckraten der eventuell auftretenden Undichtheiten der dichtenden Flächen, wie z.B. Kratzer auf den dichtenden Flächen, berechnet werden. Dabei steht die Geometrie der Lecks nicht fest. Aus diesem Grund nimmt man idealisierte Leckformen an, die rechnerisch erfaßbar sind und die eine Äquivalenz zu den wirklichen Lecks darstellen könnten.

Um die Wahrscheinlichkeit von Undichtheiten möglichst zu vermindern, müssen die dichtenden Flächen gleichmäßig, fest aufeinander gepreßt werden. Die erforderlichen Anpreßkräfte für die Dichtheit des Systems müssen auch bei der hohen Betriebstemperatur aufrechterhalten werden. Dazu werden Dichtdeckel und Dichtflansch mit 24 Schrauben gleichmäßig verspannt. Für die eingesetzten Schrauben wurde das hochwarmfeste Material NiCr20AlTi (Werkstoff-Nr.: 2.4952) ausgewählt.

Die im Dichtring eingebaute Heizung muß für das Aufheizen des Boroxidbades und der dichtenden Flächen auf eine Temperatur über den Schmelzpunkt des Boroxids von 450 °C ausreichen. Damit die Montage bzw. die Demontage der Trennstellen des Rezipienten zeitlich nicht verzögert wird, soll der Aufheizvorgang innerhalb eines kurzen Zeitraums ablaufen. Die Heizung besteht aus Miniatur-Heizleiter, die in eingefrästen Nuten der Mantelfläche des Dichtringes verlötet werden.

Zur Auslegung der Heizung des Dichtringes wurde die erforderliche Heizleistung für das Aufheizen der Boroxid-Dichtung auf eine Temperatur von 550 °C innerhalb von 15 Minuten berechnet. Dazu wurde der zeitliche Temperaturverlauf einer Trennstelle sowie der gesamten Wandung des Rezipienten nach Abb. 6.5 für vorgegebene Heizleistungen des Dichtringes ermittelt. Das Problem wurde von der Gruppe Auslegung des ZAT des Forschungszentrum Jülich mit der Methode der Finite-Elemente berechnet.

Die gewünschte Temperatur von ca. 550 °C wird im Bereich der Boroxid-Dichtung innerhalb von 15 Minuten erst bei einer Heizleistung von 4 KW erreicht. Das entsprechende Temperaturfeld im Bereich der unteren Trennstelle des Rezipienten wird in Abb. 6.8 dargestellt. Die Temperaturen werden dabei in °C angegeben. Für die obere Trennstelle gelten aufgrund der gleichen Geometrie die gleichen thermischen Verhältnisse.

Die Temperaturen, aufgrund des Aufheizens der Trennstellen, nahmen entlang der Rezipientwand bei zunehmender Entfernung von den Trennstellen ab. Die niedrigsten Temperaturen liegen in der Mitte des Rezipient-Mittelteils, zwischen beiden Trennstellen, bei 80 °C. In der Mitte der Dichtdeckel betragen die Temperaturen 130 °C.

Bei der Berechnung wurde der Rezipient ohne äußere Isolation betrachtet. Die Heizung wurde in der Mitte des Dichtringes angenommen (F. Stelzer 1989).

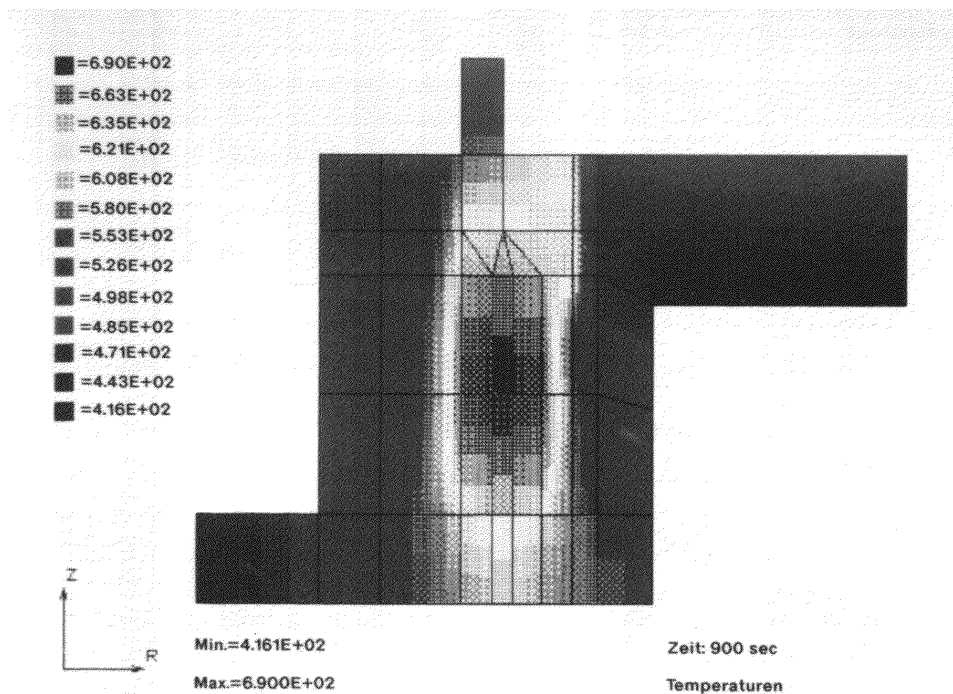


Abb. 6.8: Temperaturverteilung im Bereich der unteren Trennstelle bei einer Heizleistung des heizbaren Dichtringes von 4 KW (F. Stelzer 1989).

6.5.1.3. Untersuchung mit einer hydroviskosen Dichtungs-Prüfvorrichtung

Eine Prüfvorrichtung für eine hydroviskose Dichtung wurde konstruiert. Diese Prüfvorrichtung wurde gleich wie die untere Trennstelle des Rezipienten der konzipierten HWC-Metallapparatur ausgeführt. Damit soll die Funktionsfähigkeit der hydroviskosen Dichtung mit geschmolzenem B_2O_3 vor dem endgültigen Einsatz im Rezipient getestet werden. Dabei sollte man folgende Punkte untersuchen:

- Dichtheit des Systems über mehrere Zyklen (mindestens 20). Die Standzeit muß mindestens so groß wie eine Kristallziehperiode sein. Das System muß unter innerem Überdruck sowie unter Vakuum betrieben werden. Der innere Prüfdruck soll dabei gleich dem HWC-Betriebsdruck sein.
- Heizleistung zum Aufheizen der Dichtung über den Schmelzpunkt des Boroxids auf ca. 550 °C. Der Aufheizvorgang soll nicht über 15 Minuten dauern.

- Dauerheizleistung zur Aufrechterhaltung der HWC-Betriebstemperatur von 700 °C in der Dichtung über die Standzeit.
- Montage und Demontage der Dichtung.
- Überprüfung der Beständigkeit der eingesetzten Werkstoffe über mehrere Zyklen.

Bei einem Test-Zyklus sollten folgende Schritte durchgeführt werden:

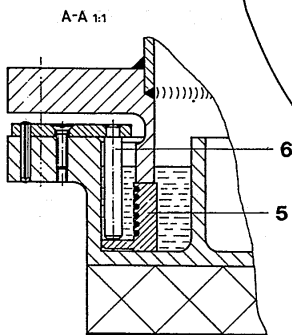
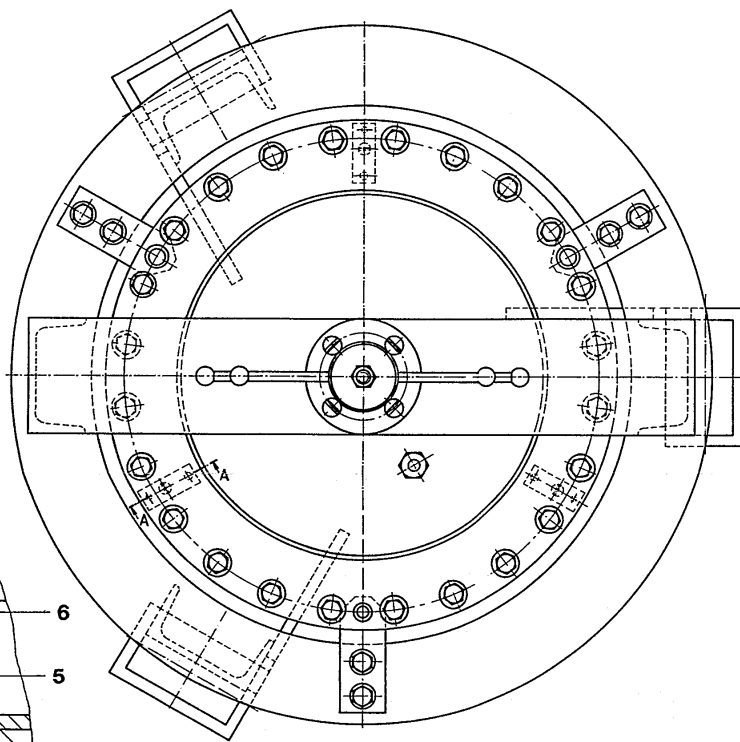
- Aufheizen der Dichtung auf 550 °C.
- Montage der Dichtung.
- Abkühlen im geschlossenen Zustand auf Raumtemperatur.
- Aufheizen der Dichtung auf 700 °C.
- Dichtheitsprüfung unter Evakuierung des geschlossenen Raums innerhalb der Dichtung über 24 Stunden.
- Dichtheitsprüfung unter innerem Prüfdruck von $p = 2$ bar im geschlossenen Raum innerhalb der Dichtung über die Zeit einer Kristallziehperiode.
- Abkühlen der Dichtung auf Raumtemperatur.
- Aufheizen der Dichtung auf 550 °C.
- Demontage der Dichtung.
- Abkühlen der Dichtung auf Raumtemperatur.

Die Dichtheit der geschlossenen Dichtung sollte auch bei erstarrtem Boroxid überprüft werden.

Darüberhinaus soll eine Dichtheitsprüfungsmethode der Dichtung bei Raumtemperatur entwickelt werden. Diese Prüfung soll eine sichere Aussage über die Dichtheit vor dem Einsatz des Boroxids ermöglichen. Eine solche Prüfungsmethode wurde bei dem Hochtemperatur-Absperrventil des Rezipienten entwickelt. Als Prüfmedium wurde Wasser eingesetzt.

In Abb. 6.9 wird die Zusammenstellung einer Prüfvorrichtung für die hydroviskose Dichtung der Trennstellen des Rezipienten dargestellt. Die Prüfvorrichtung besteht hauptsächlich aus einem Dichtdeckel (1) und einer Dichtglocke (2) mit dem Dichtflansch (3). In dem ringförmigen Boroxidbad (4) des Dichtdeckels befindet sich der heizbare Dichtring (5). Der Dichtring ist austauschbar und wird durch drei Niederhalter (6) in seiner Lage gehalten. Durch drei um 120° versetzte Zentrierbolzen (7) des Dichtdeckels erfolgt das zentrische Sitzen des Dichtflansches (3) auf den Dichtring (5), wobei sie durch drei gleich positionierte Bohrungen des Dichtflansches durchgeführt

-

[illegible]

werden. Zusätzlich kann der vollständige, dichtende Sitz des Dichtflansches auf den Dichtring erkannt werden, wobei die dichtenden Flächen am gesamten Umfang aufeinander liegen. Dies bedeutet gleichzeitig, daß das zwischen den dichtenden Flächen sich befindende, geschmolzene Boroxid seitlich in das ringförmige Bad gedrängt ist. Zur Verspannung der Dichtung dienen 24 im Umfang gleichmäßig verteilte Schrauben (8). Am Deckel der Dichtglocke (2) befindet sich der Anschluß (9) zur Evakuierung bzw. für das Gas für die Einstellung des inneren Prüfdruckes. Durch eine geeignete Hubvorrichtung (10) kann die Dichtglocke bei der Montage und Demontage des Systems ab- bzw. aufgefahren werden. Die Hubvorrichtung wird durch einen Stützrahmen (11) in der vertikalen Lage gehalten. Die Prüfvorrichtung stützt sich auf ein Gestell (12) (K. Axmacher 1991).

6.5.1.4. Demontage und Montage der mit Boroxid abgedichteten Trennstellen des Rezipienten

Im folgenden wird die Demontage und die Montage eines Rezipienten mit B_2O_3 -abgedichteten Trennstellen nach Kap. 6.4 und Abb. 6.2 beschrieben.

Nach der Beendigung des Kristallzuchtprozesses wird der Arsendampf in die As-Quelle kondensiert und der Rezipient auf Raumtemperatur abgekühlt. Zur Kristallentfernung und zur Neubeladung der Apparatur soll die obere Trennstelle des Rezipienten geöffnet werden. Dazu sollen folgende Schritte durchgeführt werden:

- Flanschschrauben der oberen Trennstelle werden gelöst.
- Durch die Heizung des Dichtringes wird die Boroxid-Dichtung auf ca. 550 °C aufgeheizt. Dabei wird das Boroxid geschmolzen.
- Das Teil der Apparatur unterhalb der oberen Trennstelle wird durch das Hubgestell abgesenkt, während das obere Teil der Apparatur durch die Halterung an der Raumdecke in seiner Lage gehalten wird. Dadurch ist der Rezipient geöffnet.
- Heizung des Dichtringes wird ausgeschaltet.

Nach der Beendigung aller Vorbereitungen kann die Apparatur für die nächste Kristallzüchtung geschlossen werden. Dazu sollen folgende Schritte durchgeführt werden:

- Der untere Teil der Apparatur wird durch das Hubgestell zu seiner Anfangsstelle aufgefahren. Dabei kann das obere Teil der Apparatur aufgrund der zwischen den dichtenden Flächen des Dichtdeckels und des Dichtflansches erstarrten Boroxidmengen etwas nach oben geschoben werden. Dies wird durch die in axialer Richtung flexible Lagerung der Halterung des oberen Teils der Apparatur ermöglicht.
- Die Heizung des Dichtringes wird auf 550°C aufgeheizt. Das Boroxid ist dabei weitgehend geschmolzen. Das obere Teil der Apparatur sinkt durch das eigene Gewicht so weit ab, bis die dichtenden Flächen aufeinander liegen. Das vollständige Sitzen

des Dichtdeckels auf dem Dichtring wird durch die Markierungen der Zentrierbolzen festgestellt.

- Die Flanschschauben der oberen Trennstelle werden gleichmäßig angezogen. Der Rezipient ist dadurch geschlossen.
- Die Heizung des Dichtringes wird ausgeschaltet.
- Im kalten Zustand können die Flanschschauben der oberen Trennstelle des Rezipienten eventuell nachgezogen werden.
- Die Trennstelle des Sicherheitsbehälters wird montiert. Die Apparatur ist dadurch geschlossen.

Der Aufheizvorgang zur Evakuierung des Rezipienten kann für den nächsten Kristallzuchtprozeß anfangen. Die Montage bzw. Demontage der unteren Trennstelle erfolgt in gleicher Weise.

6.5.2. Mechanische Zieh- und Drehvorrichtung

Für die HWC-Metallapparatur wurde eine spezielle, mechanische Hub- und Drehvorrichtung entwickelt. Das Grundelement ist dabei eine gasdichte Hochtemperaturdrehdurchführung. Diese Vorrichtung ermöglicht eine leckfreie Übertragung von Hub- und Drehbewegungen in Rezipienten mit heißer Wandung bei Temperaturen oberhalb 500 °C, insbesondere bei korrosiver Atmosphäre. Damit kann eine Hub- und Drehbewegung der Ziehwellen und des Schmelztiegels von GaAs-Kristallziehapparaturen nach dem HWC-Verfahren erfolgen.

In Abb. 6.10 wird das Funktionsprinzip einer gasdichten Hochtemperatur-Dreh- und Hubvorrichtung zum Ziehen von Kristallen aus der Schmelze dargestellt. Die Drehdurchführung, die der Hauptbestandteil der Vorrichtung ist, besteht aus einer mit der Wandung (1) des Rezipienten verbundenen Hülse (3), in die die drehende Hohlwelle (2) eingepaßt ist. Das obere Ende der Hülse, das außerhalb des Rezipienten sich befindet, ist zur Aufnahme einer Dichtungsflüssigkeit in Form eines Topfes (4) erweitert. Unterhalb des unteren Endes der Hülse befindet sich ein nach oben offener Topf (5), der das untere Ende der Hülse umgreift. Dieser Topf enthält wie die topförmige Erweiterung am oberen Ende der Hülse die Dichtungsflüssigkeit (6), in der sich das untere Ende der Hülse (3) befindet. Dadurch wird der Spalt zwischen Hülse und drehender Hohlwelle in beiden Richtungen, bei Unter- sowie auch bei Überdruck, abgedichtet.

In der Hohlwelle (2) ist eine sich mitdrehende Hubstange (7) eingesetzt. Die Hubstange kann axial gegen die drehende Hohlwelle verschoben werden. Das untere Ende der Hohlwelle ist mit dem oberen Ende eines Faltenbalges (8) dicht verschweißt. Der Faltenbalg dichtet den Zwischenraum zwischen der Hohlwelle und der Hubstange ab. Das untere Ende des Faltenbalges und die Hubstange sind direkt mit dem Boden des

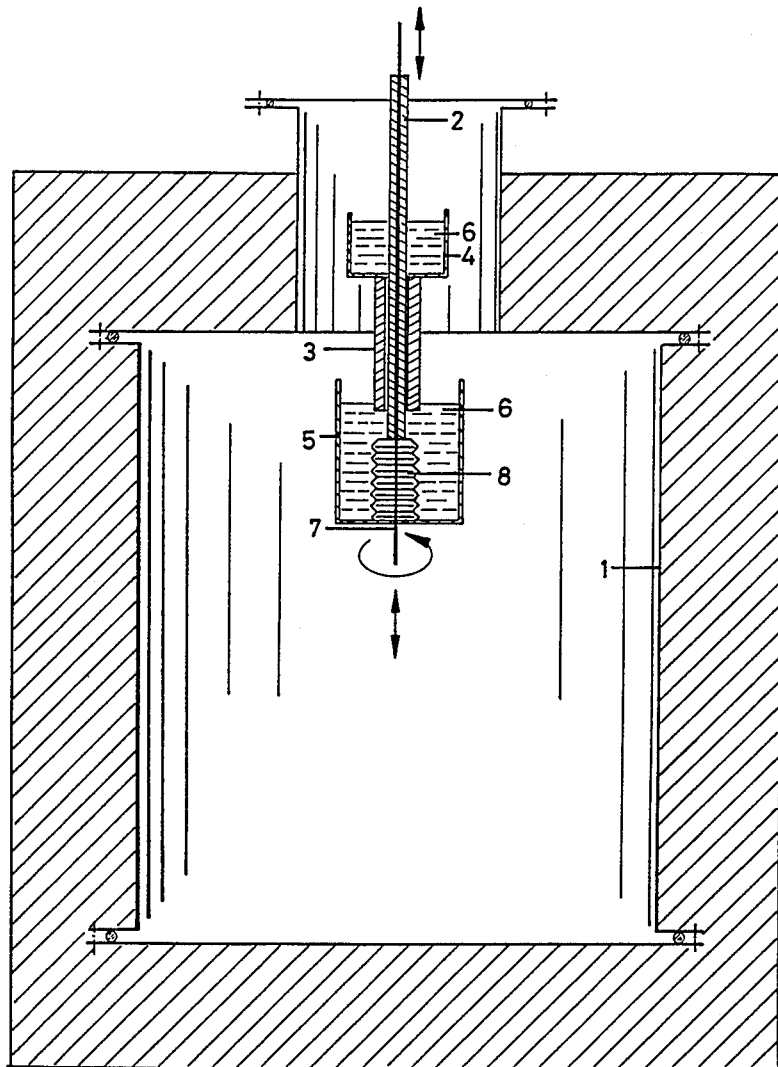


Abb. 6.10: Funktionsprinzip einer gasdichten Hochtemperatur-Dreh- und Hubvorrichtung (H. Heybutzki 1990).

1. Rezipient, 2. Hohlwelle, 3. Hülse, 4. oberer Topf, 5. unterer Topf, 6. Dichtungsflüssigkeit, 7. Hubstange, 8. Faltenbalg

unteren, sich mitdrehenden Dichtflüssigkeitsbehälters verschweißt, der die Hubbewegung mitmacht. Über eine axiale Bewegung der Hubstange kann nun unabhängig von der Drehung eine Hubbewegung in das innere des beheizten Rezipienten übertragen werden. Bewegliches Dichtelement ist hierbei der Faltenbalg, der sich innerhalb des unteren Dichtflüssigkeitsbehälters befindet und durch die Flüssigkeit gegen die korrosive Atmosphäre des Rezipienten wirksam geschützt ist. Dementsprechend muß dieser

Behälter so ausgeführt und gefüllt sein, daß bei jeder beliebigen, axialen Stellung das untere Ende der Hülse mit Sicherheit in die Dichtflüssigkeit eintaucht.

In der Verlängerung der Hubstange, die auch als Ziehwellen bezeichnet werden kann, unterhalb des Dichtflüssigkeitsbehälters kann der Impfkristall angeschlossen werden.

Die Beheizung der Hochtemperatur-Hub- und Drehvorrichtung kann je nach Anordnung durch den Rezipient oder durch eine separate Heizung erfolgen.

Für die gasdichte Hochtemperatur-Drehdurchführung spielt der Spalt zwischen drehender Welle und Hülse in Kombination mit einer Dichtungsflüssigkeit geeigneter Viskosität eine entscheidende Rolle. Dabei soll die Welle so in die Hülse eingepaßt, und somit der Spalt so ausgelegt sein, daß:

- die Drehdurchführung gasgedichtet wird,
- eine Drehung der Welle ermöglicht wird,
- begrenzte Druckunterschiede zwischen beiden Seiten der Drehdurchführung ausgehalten werden.

Man kann zwei Betriebsmoden der Drehdurchführung einstellen:

- a) Der Spalt wird eng ausgeführt (für Boroxid als Dichtungsflüssigkeit im Bereich 10 bis 15 μm). Dabei wird die Gasdichtung durch Abdichtung der beiden Enden des Spaltes mit Hilfe der Dichtungsflüssigkeit erreicht, ohne daß die Dichtungsflüssigkeit wesentlich in den Spaltbereich zwischen Welle und Hülse gelangt, sog. Trockenlauf.
- b) Der Spalt wird breit ausgeführt (für Boroxid als Dichtungsflüssigkeit $> 20 \mu\text{m}$). Dabei füllt sich der Spalt zwischen Welle und Hülse mit soviel Dichtungsflüssigkeit, daß die Gasdichtung gesichert ist.

Unabhängig vom gewählten Betriebsmodus dürfen sich Welle und Hülse grundsätzlich nicht berühren. Die Welle wird mittels eines sich außerhalb des heißen Bereichs befindlichen, ortsfesten Lagers gelagert.

Beim Einsatz der Hub- und Drehvorrichtung in GaAs-Kristallziehapparaturen wird Boroxid als Dicht- und Schutzflüssigkeit verwendet. Testversuche mit Boroxid als Dichtungsflüssigkeit bei einer Betriebstemperatur von 700 °C zeigten, daß Druckdifferenzen auf beiden Seiten der entwickelten Drehdurchführung bis zu 1 bar bei einer Spaltbreite von 10 bis 50 μm ausgehalten werden. Im Dauertest wurde die mechanische Drehdurchführung insgesamt 2500 Stunden störungsfrei betrieben.

In weiteren Versuchen wurde die Einsatzfähigkeit der Hub- und Drehvorrichtung bei der HWC-Betriebstemperatur von 700 °C sichergestellt. Dabei wurde zum Beispiel als

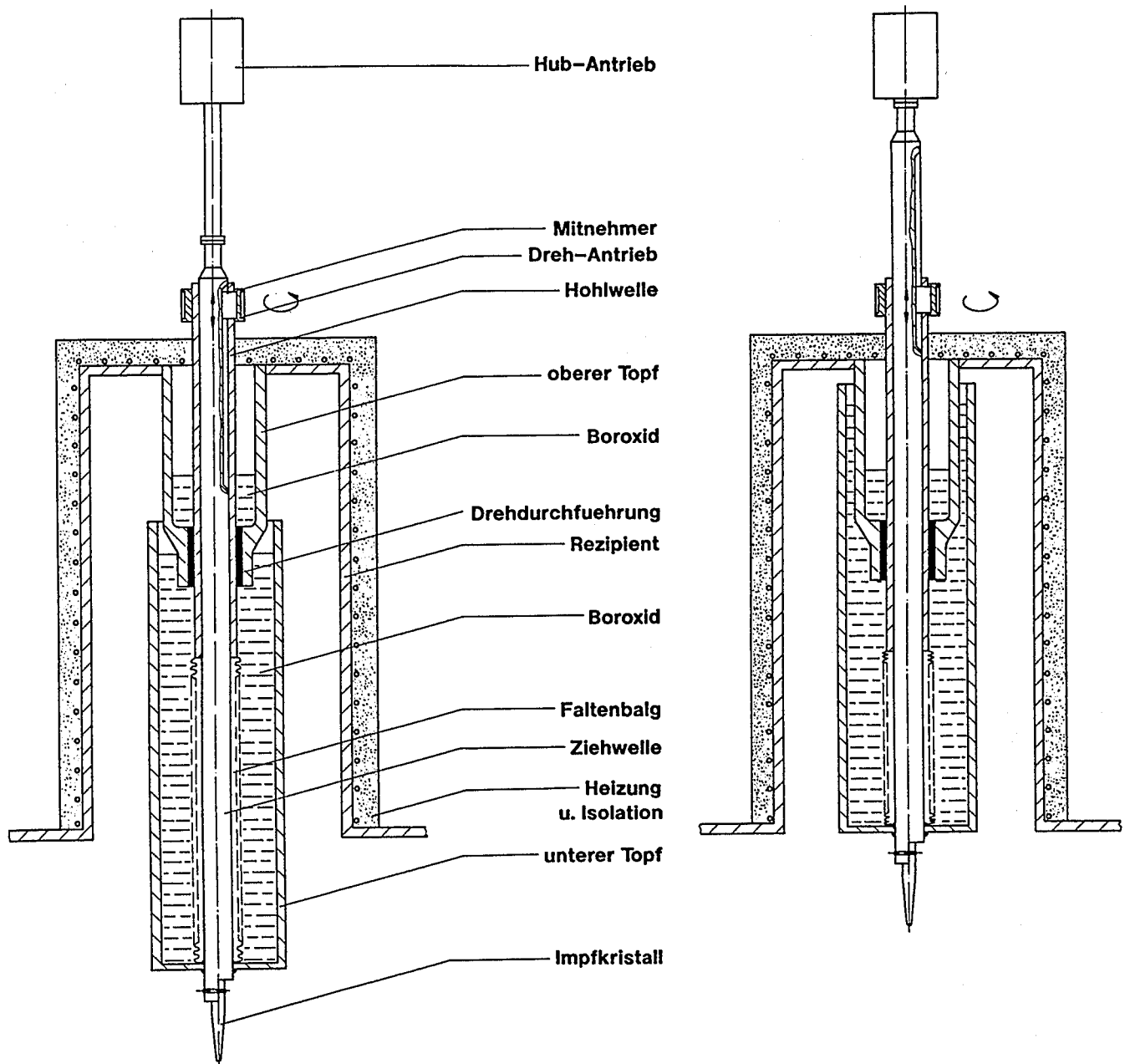


Abb. 6.11: Schema der Zieh- und Drehvorrichtung der HWC-Metallapparatur im aus- bzw. eingefahrenen Zustand.

Material für die Welle stellitegepanzelter Edelstahl, für die Hülse Graphit mit Edelstahlgehäuse, für die Töpfe und den Faltenbalg ebenfalls Edelstahl verwendet (H. Heybutzki 1990).

In Abb. 6.11 wird die in der HWC-Metallapparatur einzusetzende Zieh- und Drehvorrichtung schematisch dargestellt. Es handelt sich um eine modifizierte Version der entwickelten Vorrichtung. Dabei befindet sich auch der obere Topf innerhalb des Rezipienten. Der eingesetzte Faltenbalg ermöglicht einen maximalen Hub von ca. 300 mm.

Die Hubbewegung der Ziehwellen erfolgt durch einen stufenlos einstellbaren Schubkolben-Antrieb. Die Hubgeschwindigkeit kann dabei mit einer Genauigkeit von 0,1 mm/sec eingestellt werden. Die drehende Hohlwellen werden durch einen Schritt-Motor angetrieben. Damit die Ziehwellen mitgedreht werden, ist sie mit einem axialen Schlitz, in dem ein Mitnehmer der Hohlwellen eingreift, versehen. Der axiale Schlitz ermöglicht gleichzeitig eine unabhängige Hubbewegung der Ziehwellen.

Die As-berührten Teile der Vorrichtung werden durch eine ummantelte Heizung auf 700 °C beheizt (H. Heybutzki 1991).

6.5.3. Gasdichte Hochtemperatur-Stromdurchführung

Die Stromversorgung für den ohmschen Tiegelheizer der HWC-Metallapparatur erfordert spezielle Stromdurchführungen, die eine leckfreie und elektrisch isolierte Übertragung des elektrischen Stromes in den Rezipienten ermöglichen. Diese Anforderungen können bei der hohen Betriebstemperatur von 700 °C und der korrosiven As-Atmosphäre von den herkömmlichen Stromdurchführungen nicht erfüllt werden.

6.5.3.1. Funktionsprinzip

In Abb. 6.12 wird das Prinzip einer gasdichten Hochtemperatur-Stromdurchführung dargestellt. Diese Stromdurchführung wurde speziell für eine GaAs-Kristallziehapparatur nach dem HWC-Verfahren entwickelt.

Die Stromdurchführung nach Abb. 6.12 besteht aus einer stabförmigen, senkrecht angeordneten Elektrode (2) aus Graphit, die die Wandung (1) des Rezipienten durchdringt. Ein Teil der Elektrode (2) ist in einer aus elektrisch isolierendem Material (Al_2O_3) hergestellten zylinderförmigen Buchse (3) eng eingepaßt. Die Elektrode erstreckt sich oberhalb der Buchse zur Anschlußstelle des zu versorgenden Teils (z.B. Tiegelheizer) in dem Rezipienten. Die Buchse (3) ist in eine mit der heißen Wandung (1) des Rezipienten verbundene Außenwand (4) eng eingepaßt. Zwischen der Außenwand (4) und der Elektrode bildet sich oberhalb der Buchse ein Raum zur Aufnahme einer geeigneten Dichtungsflüssigkeit (z.B. Boroxid) (5). Diese Flüssigkeit soll die Mikrospalte zwischen den Komponenten der Stromdurchführung abdichten.

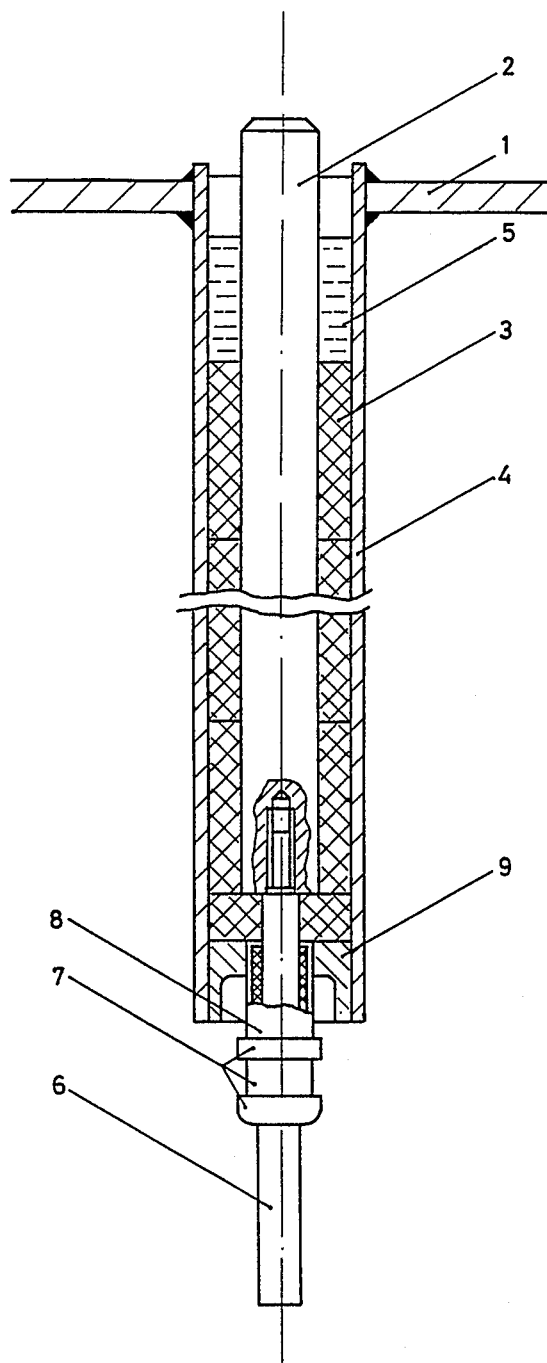


Abb. 6.12: Funktionsprinzip einer gasdichten Hochtemperatur-Stromdurchführung (L. Britz 1991).

1. Rezipientwand, 2. Graphit-Elektrode, 3. Isolierbüchse, 4. Wand, 5. Boroxid, 6. Anschlußelektrode, 7. metallische Wand der dichtenden Stromdurchführung, 8. Isolatorring, 9. Verbindungsstück

Die Elektrode, die Buchse und die Außenwand der Stromdurchführung sind so dimensioniert, daß das untere Ende von Buchse und Außenwand sich in einem Temperaturbereich unterhalb von 100 °C befinden. Dadurch kann das untere Ende der Außenwand mittels einer geeigneten Abdichtung (z.B. eine handelsübliche Stromdurchführung) oder eines Dichtungsmaterials (z.B. ein Klebstoff, der für Einsatztemperaturen bis 100 °C geeignet ist) gasdicht und elektrisch isolierend mit der Elektrode verbunden werden. In diesem Fall wird eine handelsübliche Stromdurchführung eingesetzt. Sie besteht aus einer Elektrode (6), einer metallischen Wand (7) und einem Isolatorring (8). Dabei ist die Elektrode (6) mittels eines Gewindes elektrisch und mechanisch mit der Elektrode (2) verbunden. Über das metallische Verbindungsstück (9) ist die Außenwand (4) mit der Wand (7) der Stromdurchführung verlötet bzw. verschweißt.

Für den Einsatz der Stromdurchführung bei der GaAs-Kristallziehapparatur wird geschmolzenes Boroxid als Dichtungsflüssigkeit verwendet. Das geschmolzene Boroxid weist neben der hohen Viskosität und dem As-Korrosionsschutz eine ausreichende elektrische Isolierwirkung auf.

In einer speziell ausgeführten Stromdurchführung wurde die hermetische Abdichtung der Mikrospalten zwischen der verwendeten Komponenten der Stromdurchführung bei Verwendung von Boroxid als Dichtungsflüssigkeit im Temperaturbereich zwischen 500 und 700 °C nachgewiesen. Sogar Druckdifferenzen zwischen beiden Enden der Stromdurchführung bis zu 2 bar ergaben Leckraten, die einen Wert unterhalb 10^{-7} mbar $l \cdot s^{-1}$ hatten. Darüberhinaus kann das Boroxid die Mikrospalte bei einer Stromdurchführung nach Abb. 6.12 gut abdichten, ohne direkt in diese Spalte einzudringen (L. Britz 1991).

6.5.3.2. Erprobung der Stromdurchführung

Die Funktionsfähigkeit der entwickelten Stromdurchführung wurde durch die Erprobung zweier gebauter Versuchsversionen in einer geeigneten Erprobungseinrichtung, s. Abb. 6.13, nachgewiesen. Der obere Teil der Erprobungseinrichtung, in dem sich die Graphit-Elektrode befindet, wurde gasdicht ausgeführt. Der Innenraum dieses Teils wurde während der Versuche mit einem Inertgas (z.B. Argon) gespült, um eine Oxidation der über 500 °C aufgeheizten Graphit-Elektrode zu vermeiden.

Dazu wurde der erforderliche Strom und die Spannung zur elektrischen Versorgung des Tiegelheizers berechnet. Dieser Heizer soll den Tiegel während der Kristallzüchtung auf Schmelztemperatur des GaAs beheizen. Dazu wurde für die Abmessungen der konzipierten Apparatur eine Nennleistung für den Tiegelheizer von 10 KW angesetzt. Der eingesetzte Heizer aus Graphit EK90 wird an drei Stromdurchführungen angeschlossen und stellt somit elektrisch eine Drehstrom-Dreiecksschaltung dar. Damit der Tiegelheizer bei einer Temperatur von 1300 °C mit einer Nennleistung von 10 KW betrieben wird, muß er von jeder Stromdurchführung mit einem Strom von $I = 363,2$ A und einer Spannung $U = 16$ V versorgt werden.

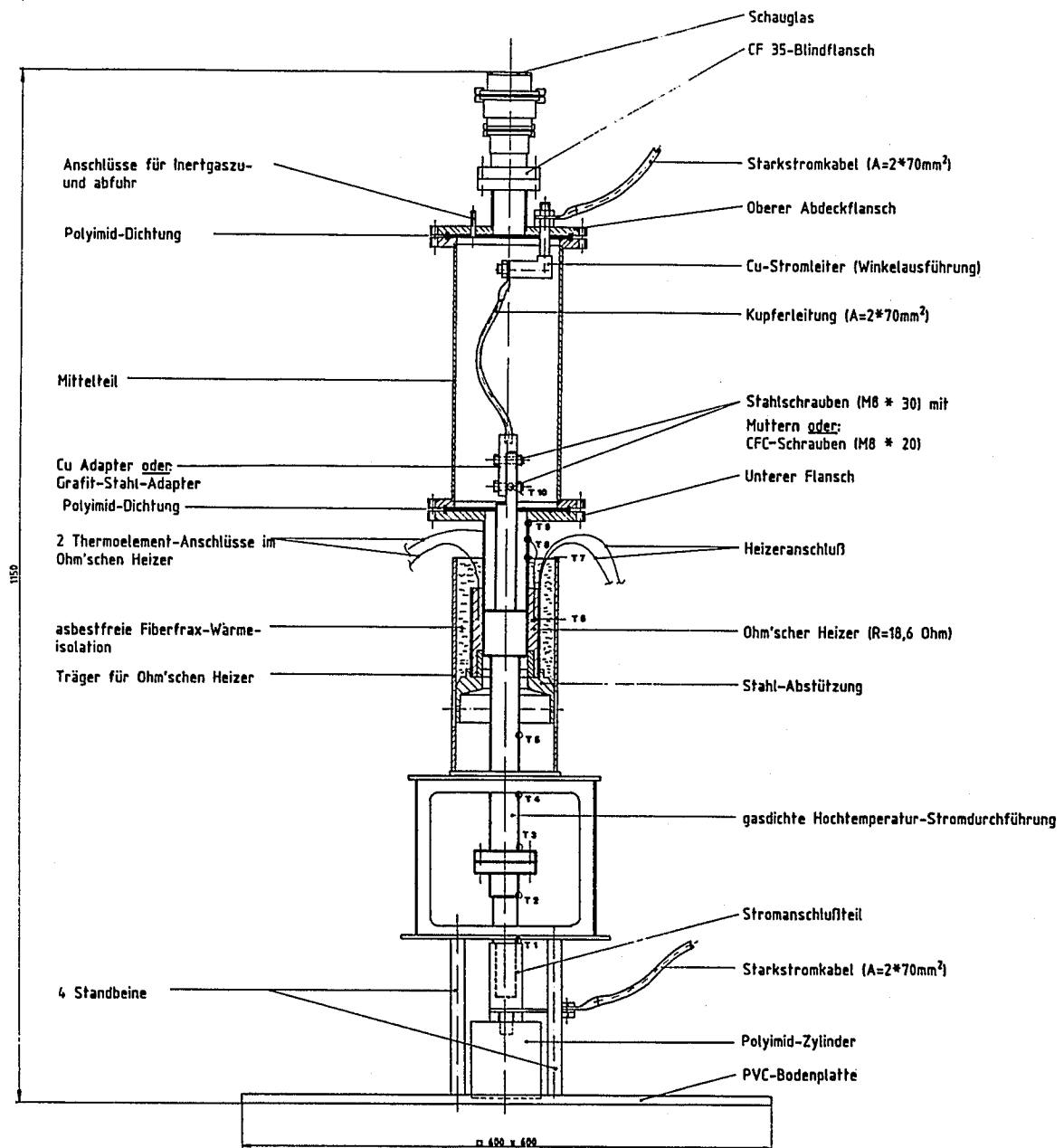


Abb. 6.13: Erprobungseinrichtung für gasdichte Hochtemperatur-Stromdurchführungen (W. Fédin 1990).

Die erprobten Stromdurchführungen haben insgesamt 1000 Stunden im Betrieb einwandfrei funktioniert. Dabei sind sie mehrmals im Bereich zwischen 1 und 300 A hoch- und heruntergefahren worden (W. Fédin 1990).

Die entlang der Stromdurchführungen gemessene Temperaturverteilung hat gezeigt, daß die thermische Beanspruchung der kritischen Stellen der erprobten Stromdurchführungen bei dem Transport des Prüfstromes innerhalb des zulässigen Bereichs liegt. Aus den erfaßten Verlustleistungen wurde der negative Einfluß des hohen spezifischen, elektrischen Widerstandes der Graphit-Elektrode verdeutlicht. Es soll eine möglichst kurze Länge sowie ein großer Durchmesser für die Graphit-Elektrode angestrebt werden, um den Durchgangswiderstand der Stromdurchführung möglichst klein zu halten. Für einen Transport von höheren Strömen, bei eventuell höher angeforderten Heizleistungen, sollen die vorliegenden Abmessungen der Stromdurchführungen entsprechend geändert werden, wobei die herrschenden Platzverhältnisse im Rezipient mitberücksichtigt werden müssen.

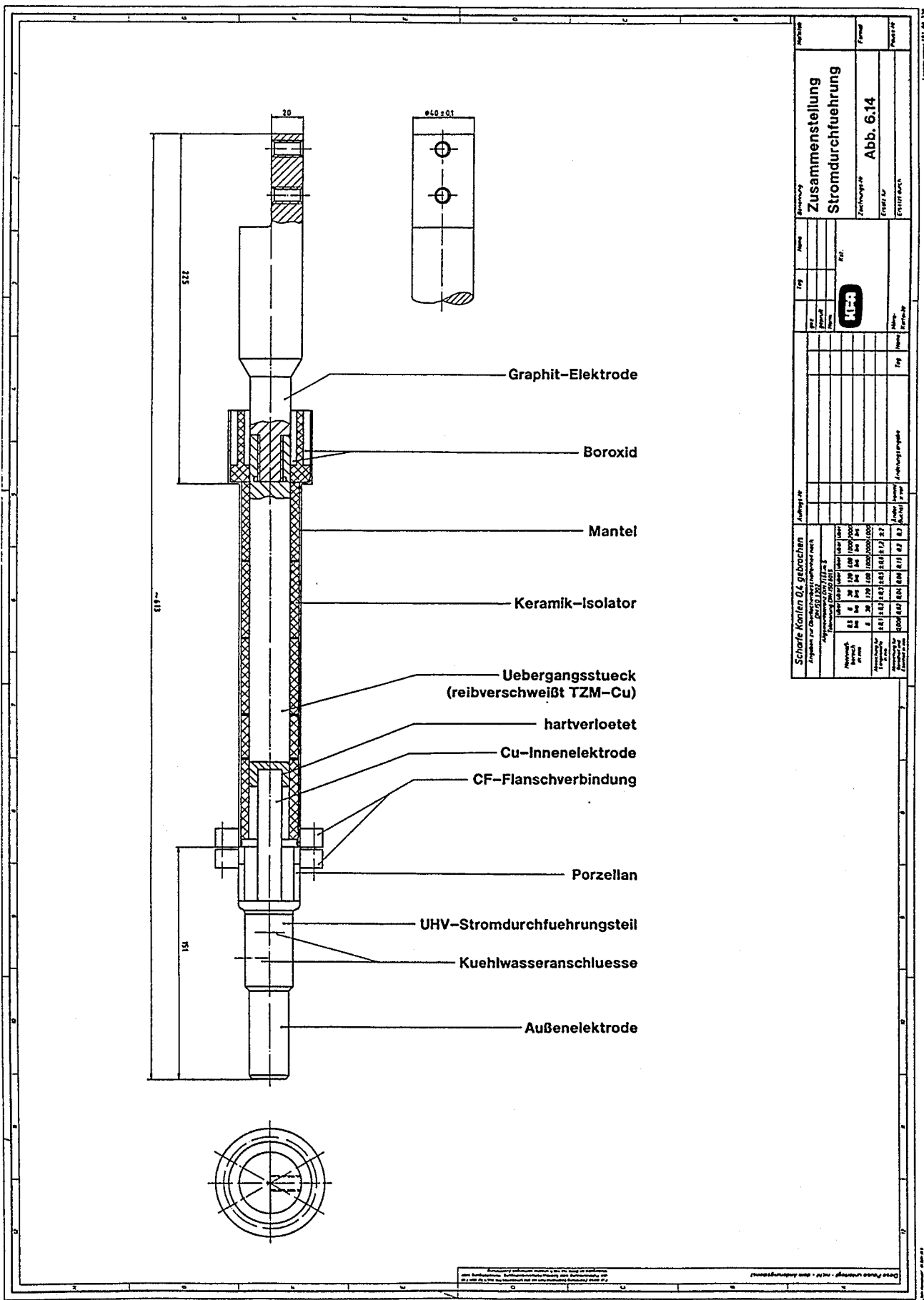
6.5.3.3. Optimierte Stromdurchführung

Die bei der Metallapparatur einzusetzenden Stromdurchführungen wurden nach den bei der Erprobung gewonnenen Erkenntnissen optimiert. Die Zusammenstellung der endgültigen Stromdurchführung wird in der Abb. 6.14 dargestellt.

Diese Stromdurchführung wird am unteren Ende mittels eines Ultrahochvakuum-Stromdurchführungsteils der Fa. Leybold abgedichtet. Über die Außenelektrode des UHV-Stromdurchführungsteils erfolgt der Stromanschluß. Dazu ist sie mit einer Goldauflage beschichtet, um einen optimalen elektrischen Kontakt zu gewährleisten. Die Außenelektrode ist mit einer Cu-Innenelektrode verbunden. Ein Porzellanring wird zur elektrischen Isolierung des UHV-Stromdurchführungsteils eingesetzt. Er wird mit dem CF-Flansch und der metallischen Wand des UHV-Stromdurchführungsteils verlötet. Die Cu-Innenelektrode ist innen hohl zur Aufnahme einer Wasserkühlung. Über einen Zulauf strömt Kühlwasser innerhalb der Innenelektrode nach oben und läuft konzentrisch zum Auslauf ab. Diese Maßnahme ist notwendig, um eine unzulässige Erwärmung der Lötstellen des Porzellanringes zu vermeiden. Das UHV-Stromdurchführungsteil ist für eine maximale Betriebsspannung von 1,8 KV und eine maximale Stromstärke von 700 A ausgelegt.

Die CF-Flanschverbindung zwischen dem UHV-Stromdurchführungsteil und dem oberen Teil der Stromdurchführung besteht aus zwei gleichen Flanschen mit einer Flachdichtung aus sauerstoffarmem Kupfer. Sie bietet eine hohe Dichtheit bis zu 450 °C an und ist leicht montierbar. Als Werkstoff wird für den CF-Flansch nichtrostender Stahl in geschmiedeter Ausführung verwendet.

Die Cu-Innenelektrode wird mit einem Übergangsstück zur Graphit-Elektrode im oberen Teil der Stromdurchführung hart verlötet. Dieses Übergangsstück dient zur Verminderung des elektrischen Durchgangswiderstandes und damit der Verlustleistung



der Stromdurchführung. Die Länge des Übergangsstückes und damit des oberen Teils der Stromdurchführung wurde so ausgelegt, daß die Temperatur des CF-Flansches auch bei maximaler Belastung der Stromdurchführung innerhalb des zulässigen Temperaturbereichs bleibt. Er besteht aus einem kurzen sauerstoffarmen Kupferteil und einem längeren TZM-Drehteil, die miteinander reibverschweißt sind. Durch die Reibschweißverbindung wird ein guter, elektrischer Kontakt zwischen beiden Teilen gewährleistet.

Der eingesetzte Werkstoff TZM (Titan-Zirkon-Molybdänlegierung) weist einen niedrigeren, spezifischen, elektrischen Widerstand im Vergleich zum Graphit auf. Es gilt:

$$\begin{array}{ll} \text{bei Raumtemperatur} & \frac{\rho_{\text{Graphit}}}{\rho_{\text{TZM}}} = 333, \\ \text{bei } 1000^\circ\text{C} & \frac{\rho_{\text{Graphit}}}{\rho_{\text{TZM}}} = 38. \end{array}$$

TZM weist zusätzlich eine hohe Warmfestigkeit und eine ausreichende Korrosionsbeständigkeit gegen Arsen auf.

Die Verbindung Graphit-Elektrode/TZM wurde als Schraubverbindung ausgeführt, wobei die Graphit-Elektrode in Form eines Gewindebolzens in das TZM-Drehteil hineinragt. Dadurch soll eine unzulässige Beanspruchung des Graphitgewindes aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen Graphit und TZM vermieden werden. Die Gewinde-Bohrung im TZM-Drehteil wurde so ausgeführt, daß der Durchmesser möglichst groß und das Gewinde lang ist. Dadurch soll eine ausreichend große Kontaktfläche zwischen Graphit-Elektrode und TZM gewährleistet werden. Die beiden Teile werden so miteinander verschraubt, daß auch die Sitznfläche des Graphitbolzens die Grundfläche des Adapters ausreichend kontaktiert. Durch die besseren Kontakte kann eine unnötige Erhöhung des Durchgangswiderstands, zu dem auch die Kontaktwiderstände beitragen, vermieden werden.

Die Graphit-Elektrode wurde möglichst kurz ausgeführt. Ihre Länge innerhalb der Stromdurchführung wurde so ausgelegt, daß die Anschlußstelle mit dem Übergangsstück sich am oberen Ende des vor As-Korrosion schützenden Boroxid-Bereichs befindet. Die Länge der Graphit-Elektrode oberhalb des Boroxid-Bereichs ergibt sich durch die Position des Tiegelheizers im Rezipient. Dadurch ergibt sich eine gesamte Länge von 225 mm für die Graphit-Elektrode. Dazu wurde sie im Bereich oberhalb des Boroxids, der im eingebauten Zustand in den Rezipient hineinragt, im Durchmesser vergrößert. Dadurch soll eine zusätzliche Reduzierung des Durchgangswiderstandes erreicht werden. Am oberen Ende der Graphit-Elektrode sind zwei Bohrungen zum Anschluß an den Tiegelheizer vorgesehen. Dazu werden Graphit-Schrauben eingesetzt. Die Graphit-Elektrode ist in diesem Bereich so ausgeführt, daß ein ausreichender Kontakt mit dem Anschlußstück des Heizers (vgl. Abb. 6.3) gewährleistet wird.

Zur elektrischen Isolierung zwischen der eingesetzten Elektrodenkombination und dem Mantel der Stromdurchführung werden rohrförmige Oxidkeramik-Buchsen schichtweise eingesetzt, da diese bei engen Passungen leichter zu montieren sind. Es wurde die Oxidkeramik mit der Herstellerbezeichnung Al23 und einem Mindestgehalt von 99,7 % Aluminiumoxid (Al_2O_3) eingesetzt. Im Boroxid-Bereich wurde eine abgesetzte Oxidkeramik mit größerem Durchmesser verwendet, um eine Abgrenzung zwischen Graphit-Elektrode und Mantel im Boroxid als zusätzliche elektrische Isolierung zu bilden. Beim eventuellen Eindringen des Boroxids in die konzentrischen Spalte zwischen Elektrode und Oxidkeramik sowie zwischen Oxidkeramik und Mantel kann das flüssige Boroxid im ungünstigsten Fall so weit fließen, bis es in Bereiche der Stromdurchführung mit Temperaturen kleiner als 450°C gelangt. Dort wird sich das Boroxid verfestigen.

6.5.4. Hochtemperaturventil

In der HWC-Metallapparatur soll ein geeignetes Ventil nach ausreichendem Evakuieren den Rezipient von der äußeren Umgebung hermetisch absperren und ein Austreten des Arsendampfes vom inneren Rezipient nach außen verhindern. Erst nach Beendigung der Kristallzüchtung und Abkühlung des Rezipienten bzw. Kondensierung des Arsens im Arsentopf kann das Ventil wieder geöffnet werden.

Da das Ventil teilweise zum Rezipient gehört bzw. mit dem Arsendampf in Berührung kommt, muß es während des Betriebes auf HWC-Betriebstemperatur 700°C beheizt werden. Die Druckdifferenz über dem Ventilsitz ist gleich dem Überdruck im inneren Rezipient von ca. 1 – 2 bar. Diese Druckdifferenz kann auch durch einen Ausgleichsdruck auf der äußeren Seite des Ventilsitzs möglichst klein gehalten werden. Das Absperrventil des Rezipienten muß unter den HWC-Betriebsbedingungen (Hochtemperatur, korrosive As-Atmosphäre) eine maximale Leckrate von $10^{-6}\text{mbar}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ aufweisen.

Spezialventile mit einer angegebenen Dichtheit zwischen 10^{-8} und $10^{-9}\text{mbar}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ wurden erprobt. Dabei hat keines der angebotenen Ventile die gestellten Anforderungen erfüllen können. Bei Temperaturen über 550°C verschlechtert sich die Dichtheit bis weit unter die geforderte Grenze von $10^{-6}\text{mbar}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$. Bei den unter Arsen untersuchten Ventilen sind der Sitz und der Kegel von Arsen angegriffen worden. Infolgedessen sind sie schnell korrodiert und undicht geworden. Aus diesen Gründen wurde ein mit geschmolzenem Boroxid abgedichtetes Ventil entwickelt.

6.5.4.1. Funktionsprinzip

Prinzipiell stellt der Ventilsitz eine hydroviskose Dichtung dar, s. Abb. 6.15. Als dichtendes Medium wird geschmolzenes Boroxid eingesetzt. Der Ventilsitz besteht aus zwei metallischen ebenen aufeinander liegenden Flächen. Dadurch bildet sich im geschlossenen Zustand eine breite ringförmige dichtende Fläche.

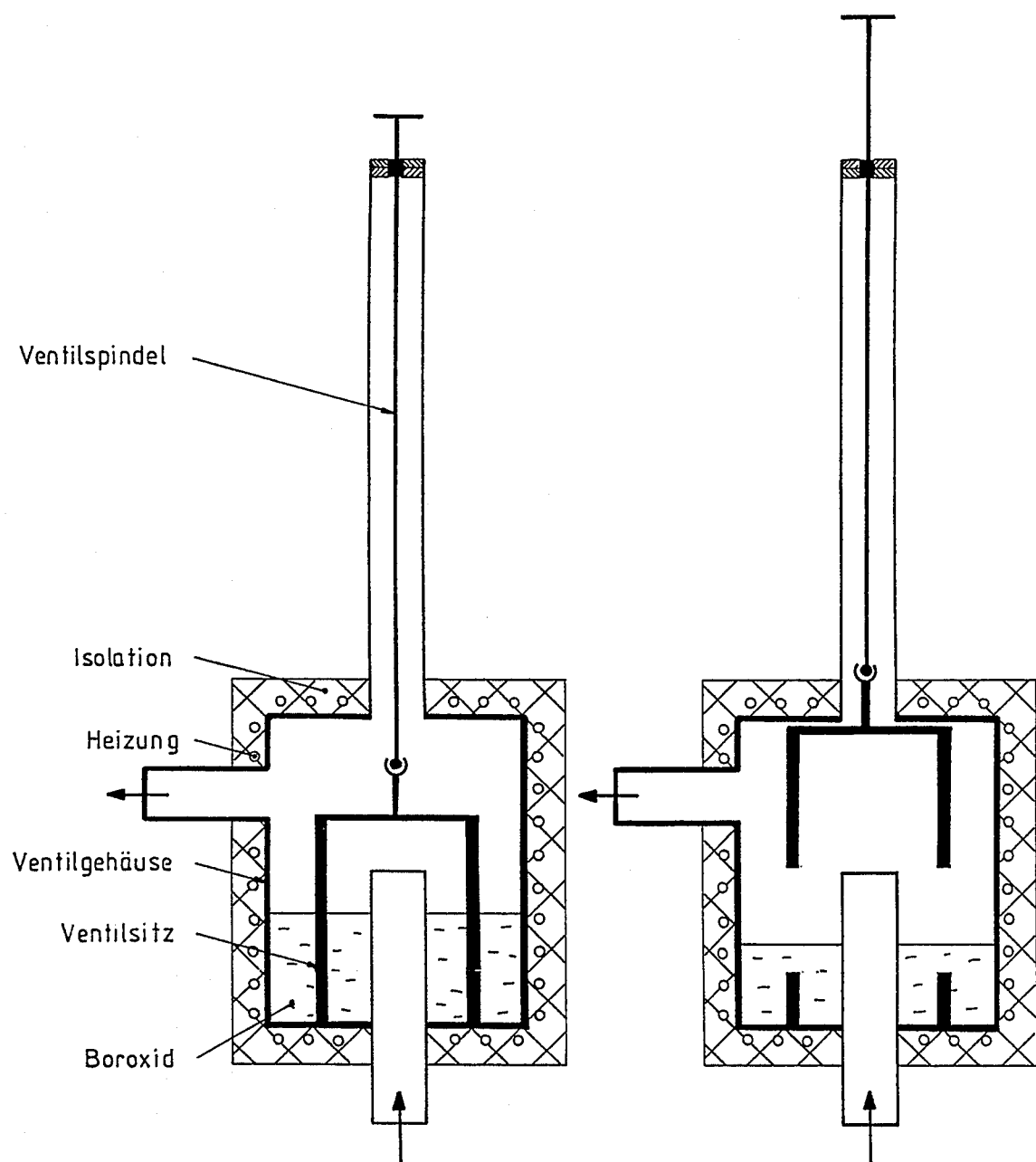


Abb. 6.15: Prinzip eines Hochtemperatur-Absperrventils.
a) im geschlossenen, b) im geöffneten Zustand

Der untere Ventilsitz ist mit dem feststehenden Ventilgehäuse verbunden. Dieser ist sowohl im geschlossenen als auch im geöffneten Zustand in der Boroxidschmelze eingetaucht. Der obere glockenförmige Teil ist mit der Ventilspindel verbunden. Dieser kann sich geradlinig auf- bzw. abwärts bewegen, ohne daß er sich dreht. Das Anschlußrohr der inneren Seite des Ventilsitzes verbindet das Ventil mit dem Rezipient. Durch dieses Rohr wird der Rezipient evakuiert. Das andere Ende des Ventils wird an eine Rohrleitung, die zur Evakuierungsvorrichtung führt, angeschlossen. Das Ventilgehäuse wird durch eine Heizung ummantelt. Diese sorgt für das Schmelzen des Boroxids im Ventilsitz und für die Aufrechterhaltung der HWC-Betriebstemperatur (ca. 700 °C) im Ventil. Im oberen kalten Bereich des Ventilgehäuses wird die Ventilspindel durch eine konventionelle Dichtung abgedichtet.

Vor dem Beginn der Kristallzüchtung wird der innere Rezipient mit einem Inertgas gespült und anschließend evakuiert. Das schon beheizte Ventil befindet sich im geöffneten Zustand. Die dichtenden Flächen der Glocke müssen einen ausreichenden Abstand zur Oberfläche der Boroxidschmelze haben. Nach dem Evakuieren wird das Ventil geschlossen. Mit einem geeigneten Antrieb wird die Spindel mit der Glocke nach unten gefahren. Das Ventil ist geschlossen, wenn die Glocke fest auf den Sitz angepreßt ist. Die flache Dichtung befindet sich nun in der Schmelze. Durch das Eintauchen der Glocke steigt der Spiegel der Schmelze höher. Der Spiegel der Schmelze muß hoch genug sein, damit die dichtenden Flächen ausreichend vor Arsen geschützt werden. Außerdem muß eine ausreichende Menge von Boroxid in der inneren Seite des Ventils für den Fall von kleinen Undichtheiten vorhanden sein.

Während des Betriebes der Ziehanlage wird die innere Seite des Ventilsitzes mit dem im Rezipient herrschenden As-Dampfdruck beaufschlagt.

Nach der Beendigung des Kristallziehens wird der Rezipient abgekühlt und das Arsen in seinem Topf aufgefangen. Das Ventil kann nun geöffnet werden. Die Glocke wird bis oberhalb der Schmelzoberfläche aufgefahren. Dabei muß sich das Ventil noch im heißen Zustand bzw. das Boroxid in der Schmelzphase befinden (oberhalb von 450 °C). Beim vorzeitigen Erstarren des Boroxids ist keine Bewegung mehr innerhalb der erstarrten Masse möglich.

Zum Nachweis der hohen Dichtheit des Ventils wurden zuerst die Boroxid-Leckraten für verschiedene Undichtheitsfälle des Ventilsitzes berechnet. Dabei wurden die rechnerisch erfaßbare Lecksformen angenommen, die eine sichere Äquivalenz zu den eventuell auftretenden Lecks darstellen könnten. Die Boroxid-Leckraten wurden für eine Standzeit von 100 Stunden berechnet, was sicherlich länger als eine normale Kristallziehperiode ist. Diese Berechnungen sind von Bedeutung bei der Auslegung der Geometrie des Ventilsitzes und der Festlegung des erforderlichen Boroxids-Sicherheitsvorrats auf der inneren Seite des Ventilsitzes. Es wurde berechnet, daß für einen Ventilsitz mit einem mittleren Durchmesser von 40 mm und einer Breite der dichtenden Flächen von 10 mm ein Boroxid-Vorrat von 20 cm³ für eine Standzeit von 100 Stunden vollkommen ausreicht.

Zusätzlich wurde eine Dichtheits-Prüfungsmethode des Ventilsitzes bei Raumtemperatur entwickelt, die eine Aussage über die Boroxid-Dichtheit ermöglicht. Als Prüfmedium wird Wasser eingesetzt. Diese Dichtheitsprüfung ist besonders vorteilhaft, da sie vor dem endgültigen Boroxid-Einsatz im Ventilsitz durchgeführt wird (K. Karagianakos 1988).

6.5.4.2. Erprobung des Boroxid-abgedichteten Ventils

Die Funktionsfähigkeit des Boroxid-abgedichteten Ventils und überhaupt einer hydroviskosen Dichtung wurde in einer Reihe von Laborversuchen getestet. Dazu wurden nach dem entwickelten Prinzip zwei Versuchsventile gebaut. In Abb. 6.16 wird die endgültige Version von beiden Versuchsventilen dargestellt. Dieses Versuchsventil hat eine Nennweite von 6 mm. Der Ventilsitz, der als flache Dichtung ausgeführt ist, hat einen mittleren Durchmesser von 40 mm. Die Breite der dichtenden Flächen ist 10 mm.

Der gesamte untere Teil des Versuchsventils, also unteres Sitzteil und Ventilgehäuse besteht aus einem Stück. An diesem Teil wurde auf Schweißen verzichtet, um die dadurch verursachten Verformungen zu vermeiden. Durch diese Maßnahmen soll die Planparalällität des unteren Sitzes bei der Fertigung erhalten werden. Das obere Sitzteil wird mit der Spindel durch eine flexible Kugelhalterung verbunden und durch drei Stifte in seine genaue Sitzlage geführt. Dadurch wird erreicht, daß beim Schließen des Ventils die beiden dichtenden Sitzteile optimal aufeinander passen. Bei den Versuchsventilen wurde kein geschlossenes Ventilgehäuse gebaut, da hauptsächlich der Ventilsitz dabei untersucht werden sollte. Das obere Teil des Ventilgehäuses wurde nicht eingebaut. Durch drei Verbindungsstangen werden der handbetätigte Antrieb und das untere Ventilgehäuse zusammengehalten.

Vor dem Einsatz des Boroxids im Ventilsitz wurde die Dichtheit des Ventils mit Wasser und mit einem Schmieröl, als dichtendes Medium, getestet. Im folgenden wird das Verhältnis der Viskosität von Boroxid zu der Viskosität der verwendeten Prüfmedien angegeben, jeweils bei Einsatztemperatur:

$$\frac{\eta_{\text{B}_2\text{O}_3 (700^\circ\text{C})}}{\eta_{\text{Wasser} (20^\circ\text{C})}} = 7,9 \cdot 10^4,$$

$$\frac{\eta_{\text{B}_2\text{O}_3 (700^\circ\text{C})}}{\eta_{\text{Öl} (20^\circ\text{C})}} = 845.$$

Bei den Dichtheitsprüfungen der Versuchsventile wurde die innere Seite des geschlossenen Sitzes mit dem Prüfüberdruck beaufschlagt. Bei der Dichtheits-Prüfung mit Wasser als dichtendes Medium war das endgültige Versuchsventil bei einem Prüfüberdruck von 1 bar nach einer Minute undicht. Der Ventilsitz wurde mit gleicher Menge Schmieröl gefüllt, so daß sich im geschlossenen Zustand auf der inneren Seite des Sitzes ein Sicherheitsvorrat von 19 cm³ befand. Der innere Prüfüberdruck wurde auf ca.

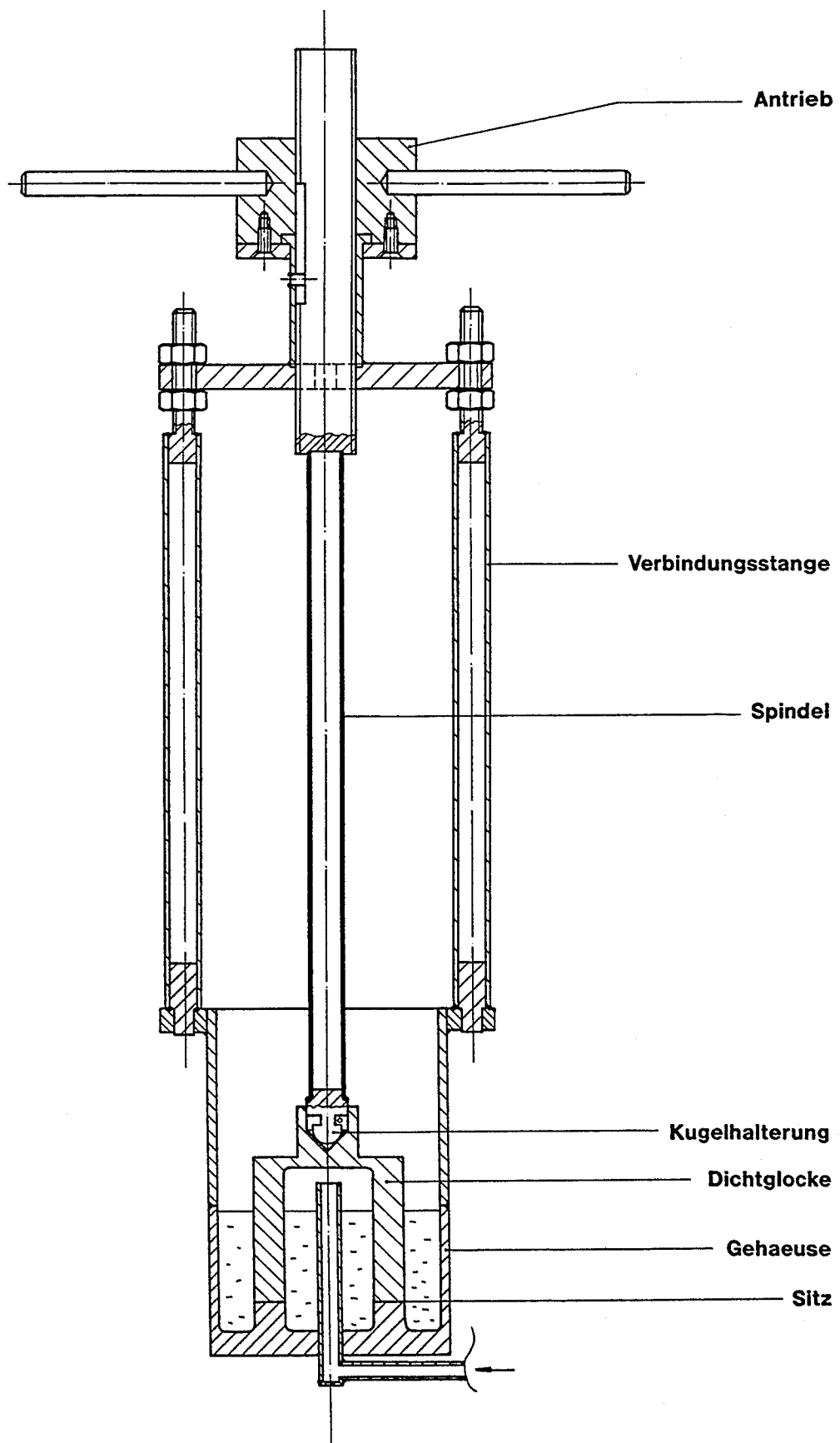


Abb. 6.16: Versuchsventil.

1,2 bar eingestellt. Der Ventilsitz war über 170 Stunden dicht. Dabei wurde kein Anstieg des Ölstandes auf der äußeren Seite des Sitzes festgestellt. Der gleiche Versuch wurde noch zweimal erfolgreich wiederholt.

Im Ventilsitz wurde eine vorgegebene Menge von Boroxid geschmolzen, so daß sich im geschlossenen Zustand auf die innere Seite des Sitzes ein Sicherheitsvorrat von $18,64 \text{ cm}^3$ befand. Der innere Prüfüberdruck betrug 1,5 bar. Die Betriebstemperatur wurde auf 650°C eingestellt. Unter diesen Bedingungen wurden 47 Schließungen und Öffnungen bzw. Dichtheitsprüfungen bei verschiedenen Standzeiten des Ventils einwandfrei durchgeführt. Dabei ist keine Undichtheit aufgetreten. Die längste Standzeit betrug 263 Stunden. Das Versuchsventil war dabei drei Monate kontinuierlich in Betrieb.

Dieses Ventil wurde zweimal im geschlossenen Zustand unter Druck auf Raumtemperatur abgekühlt. Nach einigen Stunden war das Boroxid im Sitz erstarrt. Der erstarrte Sitz hat unter dem Prüfüberdruck ca. 24 Stunden gestanden. Dabei wurde der Sitz unter Vakuum auf seiner Leckrate getestet. Sie war besser als $10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$. Beim Überdruck-Lecktest hat der Lecksucher nichts angezeigt. Anschließend wurde das Ventil, während der Sitz noch unter Druck stand, wieder langsam auf Betriebstemperatur aufgeheizt. Das Ventil war noch dicht.

Nach dem 3-monatigen Betrieb wurde kein nennenswerter Verlust der anfangs eingefüllten Boroxidmenge festgestellt.

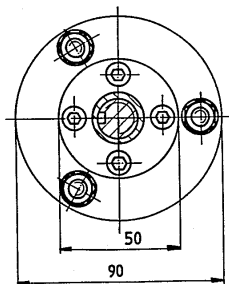
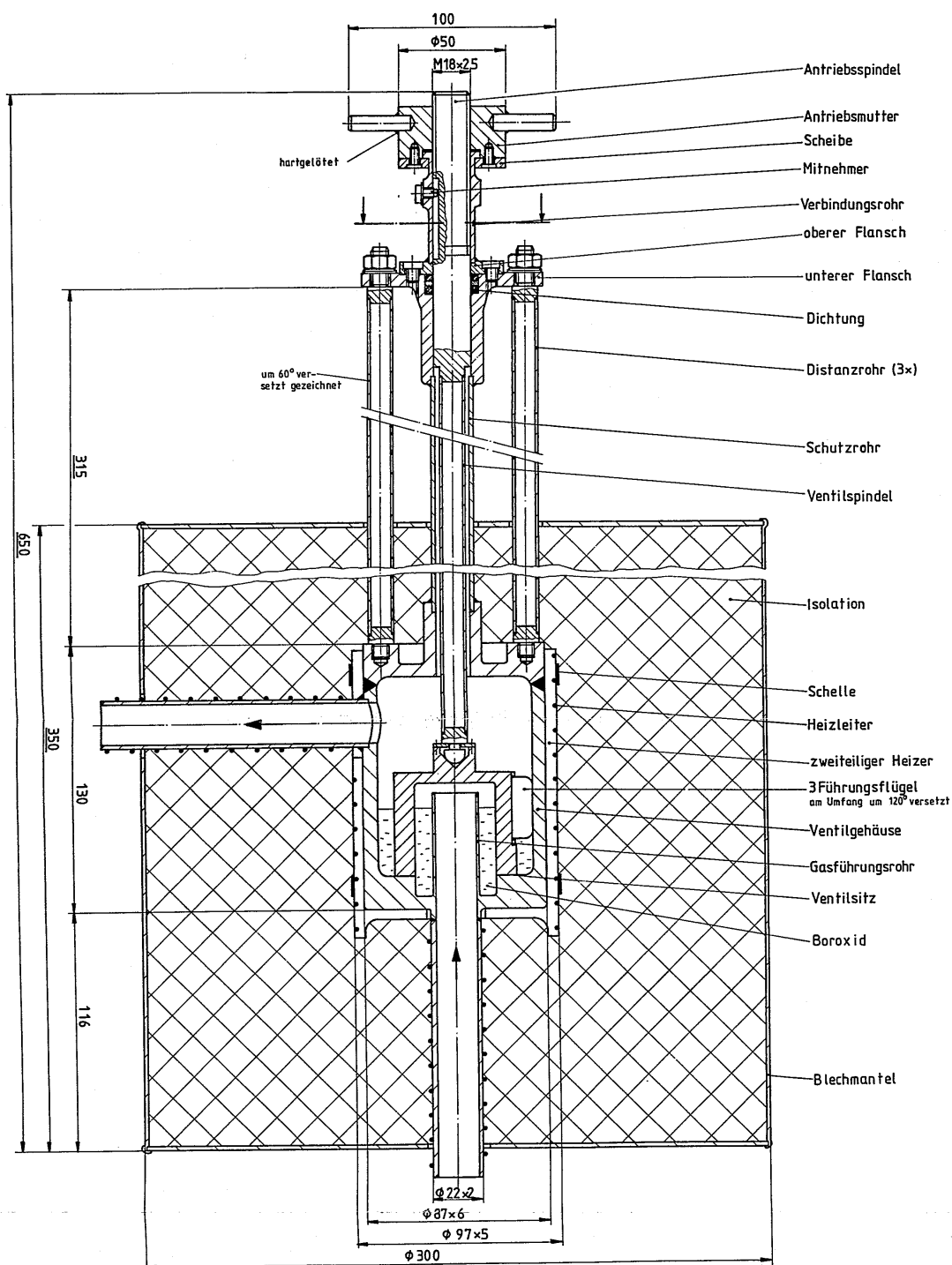
Die Versuchsergebnisse zeigen, daß das entwickelte Boroxid-abgedichtete Ventil die Anforderungen eines Hochtemperatur-Absperrsystems, insbesondere für den Einsatz in GaAs-Kristallziehapparaturen, erfüllen kann (K. Karagiannakos 1988).

6.5.4.3. Konstruktion eines Hochtemperaturventils für eine GaAs-Kristallziehapparatur

Nach dem entwickelten Prinzip wurde ein beheiztes Hochtemperatur-Absperrventil der Nennweite 20 für den inneren Rezipient der HWC-Metallapparatur konstruiert und gefertigt. Die Nennweite wird bei diesem speziell ausgeführten Ventil durch den inneren Durchmesser des Rohres im Inneren des Ventilsitzes bestimmt. Das Ventil sollte bei den bekannten Arbeitsbedingungen der GaAs-Kristallzüchtung nach dem HWC-Verfahren (Temperatur 700°C , As-Dampfdruck 1 – 2 bar) funktionieren, wobei für die Dichtheit des Ventils die Druckdifferenz über den Ventilsitz entscheidend ist. Diese kann beliebig zu Gunsten der Dichtheit des System eingestellt werden. Die Zusammenstellung des Ventils wird in Abb. 6.17 dargestellt.

Der Ventilsitz ist als Flachsitz nach dem untersuchten Prinzip ausgeführt. Das untere Teil des Sitzes ist zusammen mit dem unteren Teil des Ventilgehäuses gefertigt. Das obere Teil des Ventilsitzes ist glockenförmig ausgebildet und ist über die Kugelhalterung mit der Ventilschindel verbunden.

Für diese Zeichnung beanspruchen wir als Urheberrechte auch für den Fall der Patenterteilung oder Gebrauchsmustereintragung Verwechslung oder Nachahmung im Sinne der nachstehenden Urtheile.



Werkstoff: Incoloy 800 H
(Antriebsmutter: Cu-Zn Legierung
O-Ringe: Viton)

Betriebsdruck: 1 bar
Betriebstemperatur: 700°C
Leckrate $< 1 \cdot 10^{-9}$ mbar·l·s⁻¹

Ventilstellung: geschlossen

[illegible]

Das konstruierte Ventil (Nennweite 20) sollte gleich hohe Dichtheit wie das untersuchte Ventil (Nennweite 6) besitzen. Anhand einer entwickelten Berechnungsmethode wird die Bestimmung der erforderlichen Geometrie des Ventilsitzes und des Gehäuses bei verschiedenen Nennweiten des Ventils ermöglicht, damit gleich Dichtheitsverhältnisse wie beim Versuchsventil gewährleistet werden. Dabei wird vorausgesetzt, daß alle anderen Bedingungen gleich wie bei dem Test des Versuchsventils sind:

- Druckdifferenz über den Ventilsitz,
- Viskosität des dichtenden Mediums.

Durch diese Berechnung wird auch der erforderliche Boroxid-Sicherheitsvorrat bei gegebenen Abmessungen definiert, damit das Ventil mindestens über eine Standzeit von 100 Stunden dicht bleibt. Für das konstruierte Ventil mit der Nennweite 20 ergaben sich folgende Abmessungen:

$D_{Si} = 39 \text{ mm}$, innerer Durchmesser des Sitzes,
 $D_{Sa} = 59 \text{ mm}$, äußerer Durchmesser des Sitzes,
 $D_{Gi} = 84 \text{ mm}$, innerer Durchmesser des Gehäuses.

Der innere Durchmesser des Gehäuses wurde eigentlich auf 75 mm reduziert, ohne daß dadurch die erforderliche Dichtheit des Ventils beeinträchtigt wurde.

Das Ventil-Gehäuse besteht aus zwei Drehteilen, einmal aus dem unteren Teil mit dem Ventilsitz, dem hineinragenden Gasführungsrohr und den beiden Anschlußrohren, Einlaß- bzw. Auslaßrohr, und zum anderen aus dem oberen angeschweißten Anschlußdeckel. Daran schließt sich das Schutzrohr an, das wiederum mit dem Handantrieb verbunden ist. Das Schutzrohr schließt die Ventilschindel dicht um.

Der Handantrieb besteht aus einer axial feststehenden Antriebsmutter, die über ein Verbindungsrohr mit dem oberen Flansch verschweißt ist. Der obere Flansch ist über eine Schraubverbindung mit dem unteren Flansch verbunden. Dieser untere Flansch ist mit dem Schutzrohr verschweißt. Die O-Ringe zwischen dem Flansch dichten die Antriebsschindel nach außen ab.

Für die ausreichende Funktionsfähigkeit der dichtenden O-Ringe der Antriebsschindel (erreichbare Dichtheit ca. $10^{-6} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ bei 200°C) wird eine niedrige Temperatur in diesem Bereich verlangt. Aus diesem Grund wurden die Längen des Schutzrohres und der Ventilschindel so ausgelegt, daß die Temperatur am oberen Ende dieser Teile um 40°C beträgt.

Um eine Verdrehung des Schutzrohres durch unzulässige Torsionsmomente bei der Betätigung des Antriebs zu verhindern, sind drei Distanzrohre zwischen Flansch und

Ventilgehäuse angebracht. Diese Distanzrohre nehmen auch teilweise die Axialkräfte auf.

Das Öffnen und Schließen des Ventils erfolgt über eine axial feststehende Antriebsmutter. Durch Drehen dieser Antriebsmutter erfolgt eine axiale Bewegung der Antriebsspindel, da der feststehende Mitnehmer eine Drehung der Antriebsspindel verhindert. Dazu kann bei der HWC-Metallapparatur ein elektromotorischer Antrieb eingesetzt werden.

Alle Bauteile des Ventils wurden so ausgelegt, daß das Ventil bei der hohen Betriebstemperatur eine ausreichende Festigkeit aufweist.

Das Ventilgehäuse wird durch eine Heizung ummantelt, die zur Aufrechterhaltung der HWC-Betriebstemperatur von 700 °C sorgt. Der Heizer besteht aus einem Drehteil, der zur besseren Handhabung bei der Montage bzw. Demontage in zwei gleiche Hälften geteilt wird. Diese werden im eingebauten Zustand durch zwei Schellen zusammengehalten. In die Mantelfläche des Heizers werden mäanderförmige Nuten eingefräst, in die Miniaturheizleiter, einer pro Hälfte, eingebracht und mit Hartlot verlötet werden. Die Heizung wurde für eine Betriebsleistung von 1,5 KW ausgelegt. Zusätzlich müssen das Anschlußrohr zum Rezipient sowie eventuell die Anfangsstrecke der Rohrleitung zur Evakuierung beheizt werden.

Das erste Demonstrations-Hochtemperaturventil wurde aus dem Werkstoff Incoloy 800 H gebaut. Das Hochtemperaturventil für die HWC-Metallapparatur soll aus einem hochwarmfesten, oxidations- und gegebenenfalls As-beständigen metallischen Werkstoff gebaut werden (K. Karagiannakos 1988).

6.6. Wärmebilanz einer GaAs-Kristallziehapparatur

Zur Auslegung der HWC-Metallapparatur ist die Berechnung der thermischen Verhältnisse im Rezipient erforderlich. Davon hängt die Dimensionierung folgender Komponenten ab:

- Tiegelheizung,
- Heizung der Rezipientwandung,
- Isolation und Kühlung des Rezipienten,
- Wärmeabschirmung des Tiegelheizers.

Die Hauptwärmequelle des Rezipienten ist die Tiegelheizung. Die erforderliche Heizleistung zur Aufrechterhaltung der ca. 1300 °C in der GaAs-Schmelze hängt hauptsächlich von den Wärmeverlusten des GaAs, des Tiegels und des Heizers ab, die zum

größten Teil in Form von Wärmestrahlung auftreten. Darüberhinaus soll diese Heizleistung einen Wert von ca. 10 KW nicht überschreiten, damit die Stromdurchführungen im optimalen Arbeitsbereich betrieben werden. Dabei kann die Verlustleistung der drei Stromdurchführungen relativ gering gehalten werden. Außerdem sind für eine größere Heizleistung noch höhere Ströme erforderlich, die in Verbindung mit dem Durchgangswiderstand der vorhandenen Stromdurchführungen mit den vorliegenden Abmessungen, eine unzulässige thermische Beanspruchung der Stromdurchführungen verursachen können. Eine eventuelle Vergrößerung des Durchmessers zur Reduzierung des Durchgangswiderstands der Stromdurchführungen ist bei der vorliegenden HWC-Metallapparatur mit einer Vergrößerung des Durchmessers des unteren Deckels und damit mit einer unerwünschten Vergrößerung der Baugröße des gesamten Rezipienten verbunden. Diese wird u.a. eine Erhöhung der gesamten Wärmeverluste bzw. der erforderlichen Heizleistung des Rezipienten verursachen.

Die Wärmeverluste des Tiegelheizers können durch ausreichende Isolierung des Rezipienten reduziert werden. Dadurch wird aber ein Temperaturanstieg in der Rezipientwand verursacht. Bei der HWC-Metallapparatur soll die Rezipientwandung beim Aufheizen des Tiegels auf GaAs-Schmelztemperatur sowie beim Kristallziehen und anschließendem Abkühlen des Tiegels und der As-Quelle auf 700 °C temperiert werden. Dazu wird eine segmentierte Zusatzheizung um den gesamten Rezipient eingesetzt. Zusätzlich wird die Rezipientwand infolge der auftreffenden Wärmestrahlung des auf 1300 °C aufgeheizten GaAs-Tiegels erwärmt. Eine Überschreitung der Betriebstemperatur von 700 °C soll vermieden werden, um eine Überhitzung bzw. Überschreitung der zulässigen Warmfestigkeit des eingesetzten Werkstoffs zu verhindern. Eine Verminderung dieses Effektes kann durch eine Reduzierung der Heizleistung der Zusatzheizungen und/oder der Isolation der Rezipientwandung sowie durch den parallelen Einsatz von geeigneten Strahlungsschilden zwischen Tiegel und Rezipientwand erreicht werden. Bei der ersten Option soll auf den dadurch hervorgerufenen Anstieg der Verlustleistung des Tiegelheizers geachtet werden.

Es wird nach einer optimalen Abstimmung der Heizleistung der Zusatzheizung und der Isolation des Rezipienten in Verbindung mit einem eventuellen Einsatz von Strahlungsschilden gefragt, so daß die Anforderungen an die Heizleistung des GaAs-Tiegels und an die Temperatur der Rezipientwandung erfüllt werden.

Bei einer durch die Wärmestrahlung des Tiegels erreichbaren Temperierung der Rezipientwand auf 700 °C könnten sogar die Zusatzheizungen des Rezipienten teilweise oder ganz ausgeschaltet werden, was der ideale Fall wäre. Wenn es aber nicht möglich ist, soll man eine Temperaturverteilung in der Rezipientwand unter 700 °C anstreben. In diesem Fall kann die Rezipientwand mit relativ geringen Leistungen der Zusatzheizungen des Rezipienten und mit Hilfe einer geeigneten Regelung genau auf 700 °C temperiert werden. Dabei besteht am besten die Möglichkeit der Beherrschung der Temperaturen in der Rezipientwand.

Der Einfluß dieser Parameter wird im folgenden Beispiel ersichtlich. Es wurden bei gegebener Tiegeltemperatur und bei variiert Art und Anzahl von Wärmeschildern sowie bei variiert Rezipient-Isolation die Wärmeverlustleistung der Tiegelheizung (GaAs, Tiegel, Heizer) und die Temperatur der Rezipientwand abgeschätzt. Dabei wurde keine Zusatzheizung für die Rezipientwand angenommen.

Es wurde ein Rezipient aus Inconel ($\lambda = 22,0 \text{ W/mK}$, $\varepsilon = 0,8$) mit einem Durchmesser von 330 mm und einer Wanddicke von 6 mm angenommen. Der Rezipient wird von einer Isolation variiert Wärmeleitfähigkeit und einer Dicke von 35 mm ummantelt. Direkt nach der Isolation befindet sich ein Kühlmantel ($\alpha = 2000 \text{ W/m}^2\text{K}$). Das Kühlmittel hat dabei eine Temperatur von 20°C . Der Rezipient ist mit Luft ($\lambda = 0,08 \text{ W/mK}$) gefüllt. Die GaAs-Schmelze, der Tiegel und der Heizer befinden sich einheitlich auf konstanter Temperatur von 1500°C . Die Verlustleistung $\dot{Q}_V$ wurde für einen Zylinder (GaAs, Tiegel, Heizer), $\varepsilon = 0,85$, mit $D = 176 \text{ mm}$ und $H = 325 \text{ mm}$ hochgerechnet.

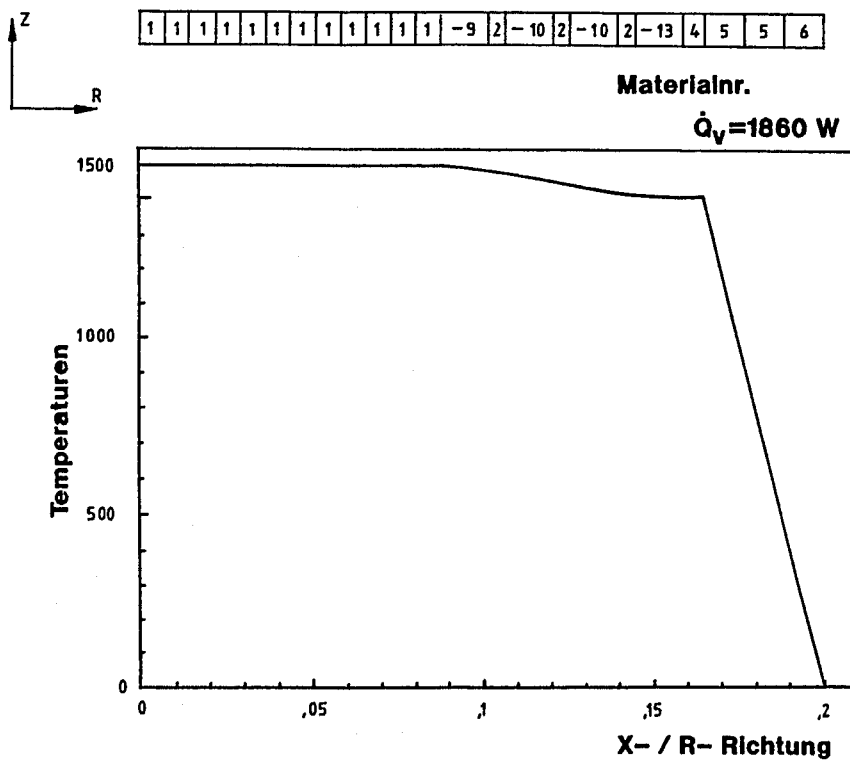


Abb. 6.18: Temperaturverlauf eines Abschnitts des Rezipienten, Fall 1 (PROFEM 1989).

Code 1 = GaAs, Tiegel, Heizer; Code 2 = Strahlungsschild (Al_2O_3); Code 4 = Rezipientwand; Code 5 = Isolation ($\lambda = 0,1 \text{ W/mK}$); Code 6 = Kühlmantel; Code -9, -10, -13 = Luftspalt

Fall 1: Zwischen Heizer und Rezipientwand befinden sich im gleichmäßigen Abstand drei Strahlungsschilde aus Aluminiumoxid einer Dicke von 5 mm ($\lambda = 2,5 \text{ W/mK}$ und $\varepsilon = 0,45$). Es wurde eine Isolation mit einer Wärmeleitfähigkeit von $\lambda = 0,1 \text{ W/mK}$ eingesetzt. In Abb. 6.18 wird der Temperaturverlauf in einem Abschnitt einer Hälfte des Rezipienten im Bereich des Tiegels dargestellt. Die Verlustleistung wurde für den gesamten Tiegel auf $\dot{Q}_V = 1860 \text{ W}$ hochgerechnet. Die Temperatur in der Rezipientwand beträgt $T_W = 1407 \text{ }^\circ\text{C}$.

Fall 2: Zwischen Heizer und Rezipientwand befinden sich drei Strahlungsschilde aus Aluminiumoxid ($\lambda = 2,5 \text{ W/mK}$ und $\varepsilon = 0,45$) im gleichmäßigen Abstand. Es wurde eine Isolation mit einer Wärmeleitfähigkeit von $\lambda = 1,0 \text{ W/mK}$ eingesetzt. In Abb. 6.19 wird der Temperaturverlauf im gleichen Abschnitt des Rezipienten wie im Fall 1 dargestellt. Die Verlustleistung wurde für den gesamten Tiegel auf $\dot{Q}_V = 9790 \text{ W}$ hochgerechnet. Die Temperatur in der Rezipientwand beträgt $T_W = 771 \text{ }^\circ\text{C}$.

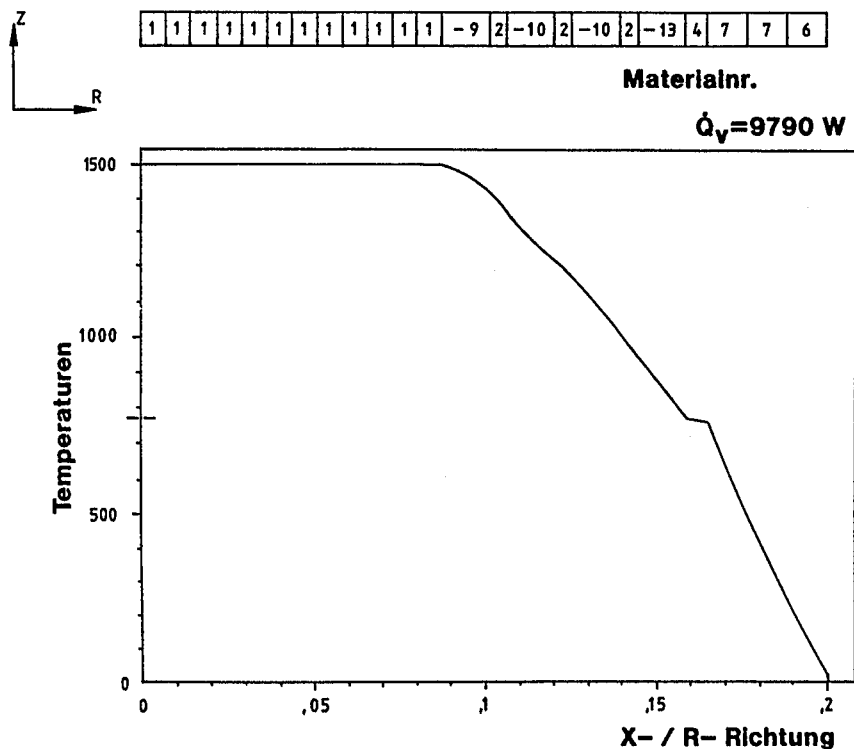


Abb. 6.19: Temperaturverlauf eines Abschnitts des Rezipienten, Fall 2 (PROFEM 1989).

Code 1 = GaAs, Tiegel, Heizer; Code 2 = Strahlungsschild (Al_2O_3); Code 4 = Rezipientwand; Code 7 = Isolation ($\lambda = 1,0 \text{ W/mK}$); Code 6 = Kühlmantel; Code -9, -10, -13 = Luftspalt

Fall 3: Das mittlere Strahlungsschild von der Anordnung von Fall 2 wurde durch einen Strahlungsschild aus Tantal ($\lambda = 57,5 \text{ W/mK}$, $\varepsilon = 0,05$) ersetzt. Es wurde die gleiche Isolation wie im Fall 2 eingesetzt. In Abb. 6.20 wird der Temperaturverlauf im gleichen Abschnitt des Rezipienten wie in Fällen 1 und 2 dargestellt. Die Verlustleistung wurde für den gesamten Tiegel auf $\dot{Q}_V = 4180 \text{ W}$ hochgerechnet. Die Temperatur in der Rezipientwand beträgt $T_W = 343 \text{ }^\circ\text{C}$.

Fall 4: Die Anordnung der Strahlungsschilde ist gleich wie im Fall 3. Es wurde eine Isolation mit einer Wärmeleitfähigkeit von $\lambda = 0,1 \text{ W/mK}$ eingesetzt. In Abb. 6.21 wird der Temperaturverlauf im gleichen Abschnitt des Rezipienten wie im Fall 3 dargestellt. Die Verlustleistung wurde für den gesamten Tiegel auf $\dot{Q}_V = 1670 \text{ W}$ hochgerechnet. Die Temperatur in der Rezipientwand beträgt $T_W = 1257 \text{ }^\circ\text{C}$ (PROFEM 1989).

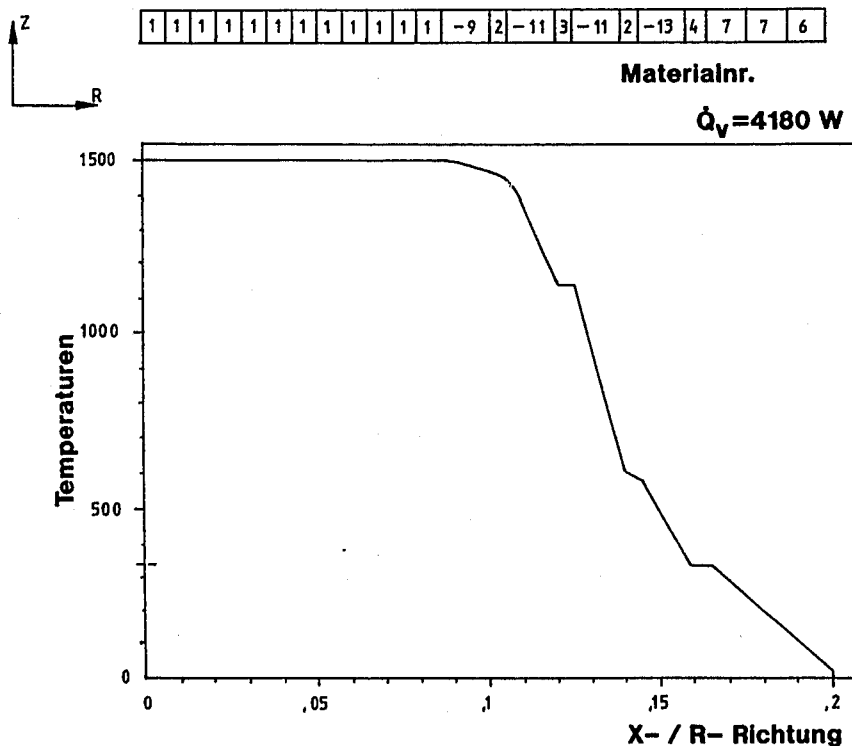


Abb. 6.20: Temperaturverlauf eines Abschnitts des Rezipienten, Fall 3 (PROFEM 1989).

Code 1 = GaAs, Tiegel, Heizer; Code 2 = Strahlungsschild (Al_2O_3); Code 3 = Strahlungsschild (Tantal); Code 4 = Rezipientwand; Code 7 = Isolation ($\lambda = 1,0 \text{ W/mK}$); Code 6 = Kühlmantel; Code -9, -11, -13 = Luftspalt

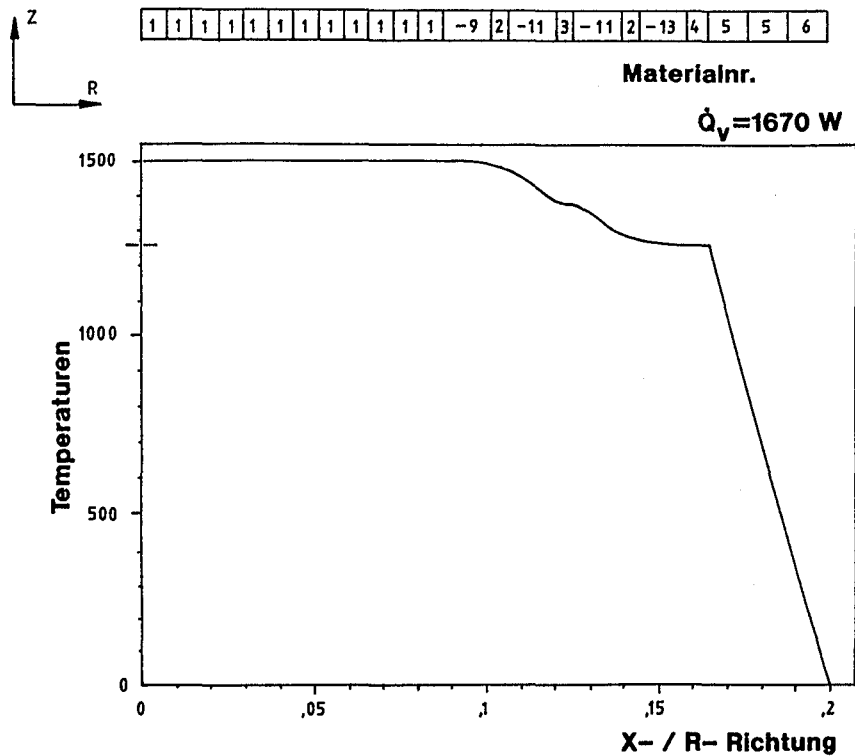


Abb. 6.21: Temperaturverlauf eines Abschnitts des Rezipienten, Fall 4 (PROFEM 1989).

Code 1 = GaAs, Tiegel, Heizer; Code 2 = Strahlungsschild (Al_2O_3); Code 4 = Rezipientwand; Code 5 = Isolation ($\lambda = 0,1 \text{ W/mK}$); Code 6 = Kühlmantel; Code -9, -11, -13 = Luftspalt

Eine analytische Ermittlung der thermischen Verhältnisse (Temperaturfeldanalyse) im Rezipient wurde in einer weiteren Berechnung erreicht. Diese Berechnung wurde für folgende Anordnung durchgeführt, die in Abb. 6.22 dargestellt wird:

- Rezipient-Behälter. Der hohlzylindrische Rezipient hat einen Durchmesser von 326 mm, eine Höhe von 1072 mm und eine Wanddicke von 4 mm. Die Wanddicke des oberen und unteren Deckels beträgt jeweils 6 mm.
- GaAs-Tiegel. Er hat einen Durchmesser von 150 mm und eine Höhe von 325 mm. Die untere Kante des Tiegels befindet sich 135 mm oberhalb des unteren Deckels.
- Heizer. Der Tiegelheizer hat einen Durchmesser von 176 mm, eine Höhe von 325 mm und eine Wanddicke von 10 mm.

- **Strahlungsschilde.** Unterhalb des Tiegels befinden sich im gleichmäßigen Abstand fünf Strahlungsschilde in Form von kreisförmigen Platten. Zwischen Heizer und Rezipientwand werden fünf hohlzylindrische Strahlungsschilde im gleichmäßigen Abstand eingebracht. Das äußere Strahlungsschild erstreckt sich bis zum oberen Deckel während die vier innere Strahlungsschilde bis zur oberen Kante des Tiegelheizers reichen. Direkt unterhalb des oberen Deckels befinden sich noch zwei weitere kreisförmige Strahlungsschilde.
- **Isolation.** Der gesamte Rezipient wird von einer 40 mm dicken Isolation ummantelt. Die Isolationsdicke wurde im Bereich des Tiegelheizers für die Berechnung um 10 mm reduziert.
- **Kühlung.** Direkt nach der Isolation befindet sich über den gesamten Rezipient ein gekühlter Mantel. Er wird in Abb. 6.22 nicht dargestellt.
- **Gasfüllung.** Der Rezipient ist mit Argon gefüllt.

Die Temperaturfeldanalyse wurde mittels der Finite-Elemente-Methode durchgeführt. Die Struktur wurde mit 972 quadratisch interpolierten, isoparametrischen Rotationselementen nachgebildet. Die Berechnung erfolgte nicht linear, stationär.

Im Bereich oberhalb des Tiegels, innerhalb der Strahlungsschilde, wurde die Strahlung mittels der Net-Radiation-Method berechnet. Zur Berücksichtigung der Konvektion im gleichen Bereich wurde die Wärmeleitfähigkeit in Z-Richtung um den Faktor 35 erhöht. Es wurde $Gr \cdot Pr = 10^7 - 10^8$ zugrunde gelegt.

Zwischen den Strahlungsschilden, Schilden und Heizer, Schilden und Wandung, Heizer und Tiegel wurde die Strahlung mittels Strahlungselementen berechnet. In den Zwischenräumen wurde die Wärmeleitung berücksichtigt. Die Konvektion wurde vernachlässigt ($Gr \cdot Pr < 1700$).

Für die Berechnung wurden folgende Randbedingungen angesetzt:

Kühlung an der Außenseite der	
Isolation:	Wärmeübergangskoeff. $\alpha = 2000 \text{ W/m}^2\text{K}$
Umgebungstemperatur:	20 °C
Tiegelheizer:	gesamte Heizleistung 8474 W

Es wurde mit folgenden Stoffwerten berechnet:

Tiegel + Inhalt:	Wärmeleitfähigkeit	100 W/mK
	Emissionskoeff.	0.99
Tiegelheizer:	Wärmeleitfähigkeit	30 W/mK
	Emissionskoeff.	0.99
Isolation:	Wärmeleitfähigkeit	0,5 W/mK
Behälter (Inconel x): (T in K)	Wärmeleitfähigkeit	$A_0 + A_1 \cdot T + A_2 \cdot T^2$ W/mK
		$A_0 = 9,44710$
		$A_1 = 1,29189 \cdot 10^{-2}$
		$A_2 = 8,64376 \cdot 10^{-6}$
	Emissionskoeff.	0,8
Gasfüllung (Argon): (T in K)	Wärmeleitfähigkeit	$A_0 + A_1 \cdot T + A_2 \cdot T^2 + A_3 \cdot T^3$ W/mK
		$A_0 = 1,2518 \cdot 10^{-3}$
		$A_1 = 6,2517 \cdot 10^{-5}$
		$A_2 = -2,6650 \cdot 10^{-8}$
		$A_3 = 5,4670 \cdot 10^{-12}$
Strahlungsschilde (Al_2O_3 / RA-4213): (T in K)	Wärmeleitfähigkeit	$(A_0 + A_1 \cdot T + A_2 \cdot T^2 + A_3 \cdot T^3 + A_4 \cdot T^4 + A_5 \cdot T^5) / A$ W/mK
		$A_0 = 2,48999 \cdot 10^{-1}$
		$A_1 = -8,33690 \cdot 10^{-4}$
		$A_2 = 1,2361 \cdot 10^{-6}$
		$A_3 = -9,30197 \cdot 10^{-10}$
		$A_4 = 3,47829 \cdot 10^{-13}$
		$A_5 = -5,10817 \cdot 10^{-17}$
		$A = 2,3885 \cdot 10^{-3}$
	Emissionskoeff.	$B_0 + B_1 \cdot T + B_2 \cdot T^2 + B_3 \cdot T^3 + B_4 \cdot T^4 + B_5 \cdot T^5$
		$B_0 = 2,24083$
		$B_1 = -5,64386 \cdot 10^{-3}$
		$B_2 = 7,35133 \cdot 10^{-6}$
		$B_3 = -4,98935 \cdot 10^{-9}$
		$B_4 = 1,63352 \cdot 10^{-12}$
		$B_5 = -1,95313 \cdot 10^{-16}$

Die berechnete Temperaturverteilung wird in Form von isothermischen Linien für eine Symmetriehälfte des Rezipienten in Abb. 6.23 dargestellt. Die Temperaturen werden in °C angegeben (PROFEM 1990). Die Temperaturen der Rezipientwand liegen überall

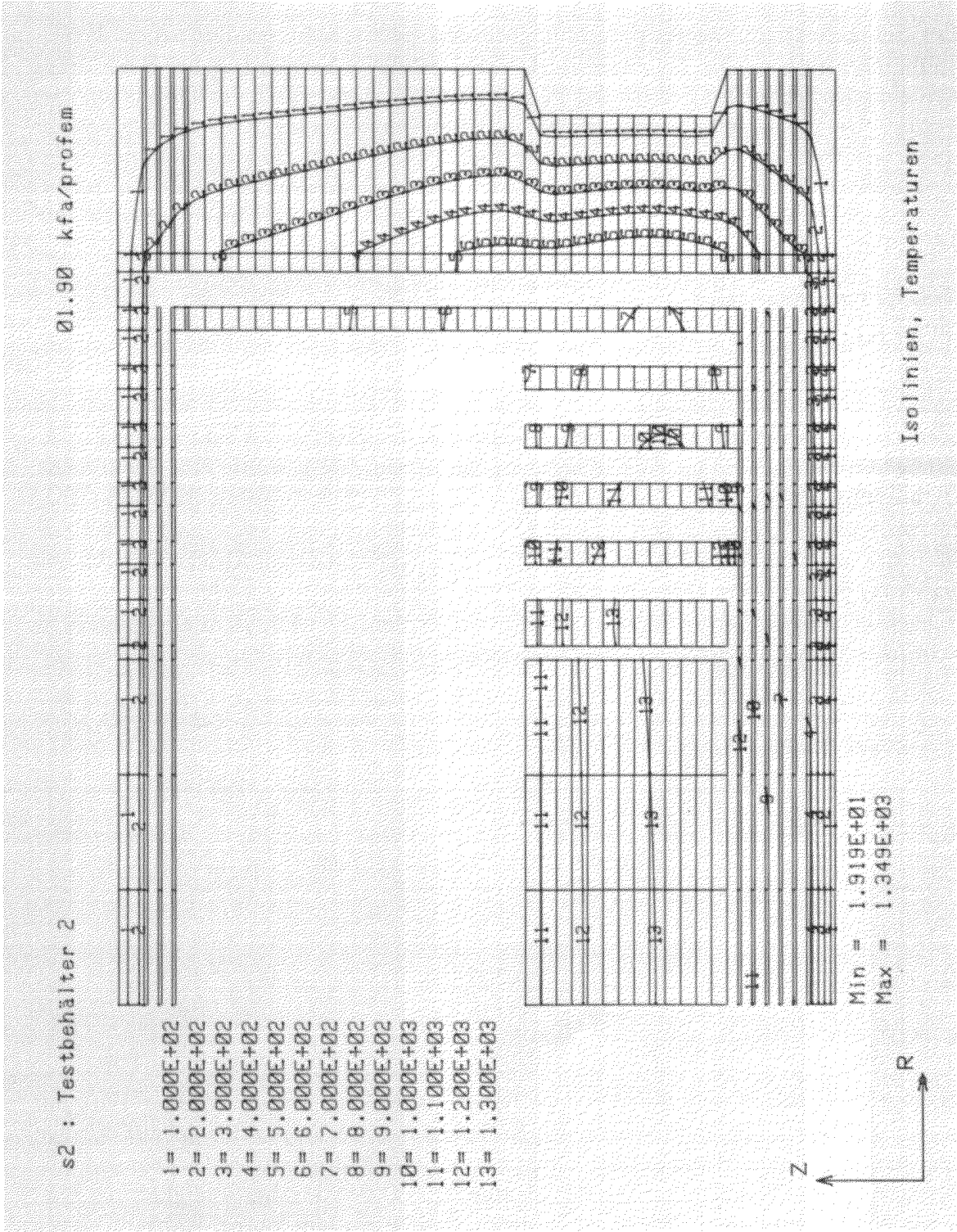


Abb. 6.23: Temperaturverteilung im Rezipient (PROFEM 1990).

weit unter 700 °C, so daß die Rezipientwand mit Hilfe der Zusatzheizungen genau und in kontrollierter Weise auf 700 °C aufgeheizt werden kann. Die Zusatzheizungen werden dabei bei Teillast betrieben. Die Heizleistung liegt ebenfalls innerhalb des optimalen Bereichs.

Unter Berücksichtigung dieser Berechnung wurden die Strahlungsschilde bei der HWC-Metallapparatur von Kap. 6.4 angeordnet. Dazu wurde im Vergleich zu der Berechnung die Anzahl der Schilde im Bereich des Tiegels um ein und unterhalb des Tiegels um zwei reduziert. Die berechneten Temperaturen in diesen Bereichen lagen bei der angesetzten Anzahl von Strahlungsschilden so niedrig (vgl. Abb. 6.23), daß diese Reduzierung der Anzahl der Schilde nicht einen unerwünschten Temperaturanstieg über die 700 °C hervorgerufen haben könnte. Die Heizleistung des Tiegels bleibt dadurch unter 10 KW.

Darüberhinaus soll die Berechnung im Hinblick auf eine mögliche, weitere Reduzierung der erforderlichen Strahlungsschilde optimiert werden, wobei die gestellten Anforderungen an die Heizleistung des Tiegelheizers und an die Temperatur der Rezipientwandung erhalten werden müssen.

Außerdem sollen die thermischen Verhältnisse des Rezipienten bei real ähnlichen Bedingungen experimentell untersucht werden. Zu diesem Zweck wurde eine Testeinrichtung bestehend aus einem Testbehälter aus Edelstahl (Durchmesser 310 mm, Höhe 1200 mm), einem Graphitheizer und drei Stromdurchführungen aufgebaut. Mit dieser Testeinrichtung kann zusätzlich die Auswirkung von verschiedenen Abschirmungen und Isolationen bei variiertter Heizleistung des Tiegelheizers überprüft werden und mit den durchgeführten Wärmeberechnungen verglichen werden. Danach kann die endgültige, thermische Auslegung der HWC-Metallapparatur optimiert werden.

6.7. Werkstofffragen

Ein geeigneter Werkstoff soll für die HWC-Metallapparatur ausgewählt werden. Dieser Werkstoff soll grundsätzlich folgende Anforderungen erfüllen:

- As-Beständigkeit,
- Hochwarmfestigkeit (mindestens bis 700 °C),
- gute Verarbeitbarkeit (u.a. Schweißbarkeit).

Aus diesem Werkstoff sollen außer dem Rezipientbehälter andere kleinere Teile mit komplizierter Form für die verschiedenen Komponenten der Apparatur gebaut werden. Außerdem muß dieser Werkstoff bei einem Einsatz von hydroviskosen Dichtungen, insbesondere für die Trennstellen des Rezipienten, eine Oxidationsbeständigkeit bis mindestens 550 °C aufweisen. Die Montage bzw. Demontage der Boroxid-abgedichteten Trennstellen des Rezipienten findet bei geöffnetem Sicherheitsbehälter, in Anwesenheit

von oxidierender Atmosphäre, und bei einer Temperatur der Trennstellen von 550 °C statt.

In erster Linie wurden As-Korrosionstests von verschiedenen hochwarmfesten und korrosionsresistenten Materialien in ZAT-NPT des Forschungszentrums Jülich durchgeführt. Dazu wurden auch Schutzschichten auf hochwarmfesten Materialien, die selbst korrosionsanfällig sind, untersucht. Dabei wurden die Testproben in einer speziellen Testeinrichtung unter reiner As-Atmosphäre ($p_{As} = 1$ bar) auf 700 °C für eine Periode von 10 Tagen beheizt. Dieser Versuch wurde für die gleichen Proben mehrmals wiederholt.

Aus den Korrosionstests der metallischen Werkstoffe ergaben sich folgende Ergebnisse:

- Alle Metalle werden mehr oder weniger von Arsen angegriffen. Nickelhaltige Stähle werden am stärksten von Arsen angegriffen. Die beste As-Resistenz weisen die reinen Metalle Wolfram, Tantal, Titan und Molybdän sowie auch TZM (Titan-Zirkon-Molybdänlegierung) auf. In Abb. 6.24 und 6.25 wird der Oberflächenabtrag der untersuchten metallischen Werkstoffe in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt. In der Tabelle 6.1 wird die chemische Zusammensetzung in Gew-% der untersuchten Legierungen angegeben.

Legierung	C	Mn	Si	Cr	Ni	Co	Ti	Al	Fe	W	Zr	Mo
V2A 1.4541	0.08			18	10		0.5		Basis			
Cronifer 1.4845	0.056	1.72	0.22	24.3	19.1				Basis			
CONTIMET (Titan) 3.7035	0.08						Basis		0.25			
Stellite 6	1			26		Basis				5		
Incoloy 800 H	0.08	0.75	0.5	21	32.5		0.4	0.4	Basis			
MA956 PM2000				20			0.5	4.5	Basis			
TZM	0,035						0,5				0,08	Basis

Tabelle 6.1: Chemische Zusammensetzung der Legierungen (K. Baumüller 1991).

- Innerhalb der Meßgenauigkeit nimmt die Korrosionsschicht bzw. der Oberflächenabtrag linear mit der Zeit zu, d.h. es tritt keine Sättigung ein (s. Abb. 6.24 und 6.25).

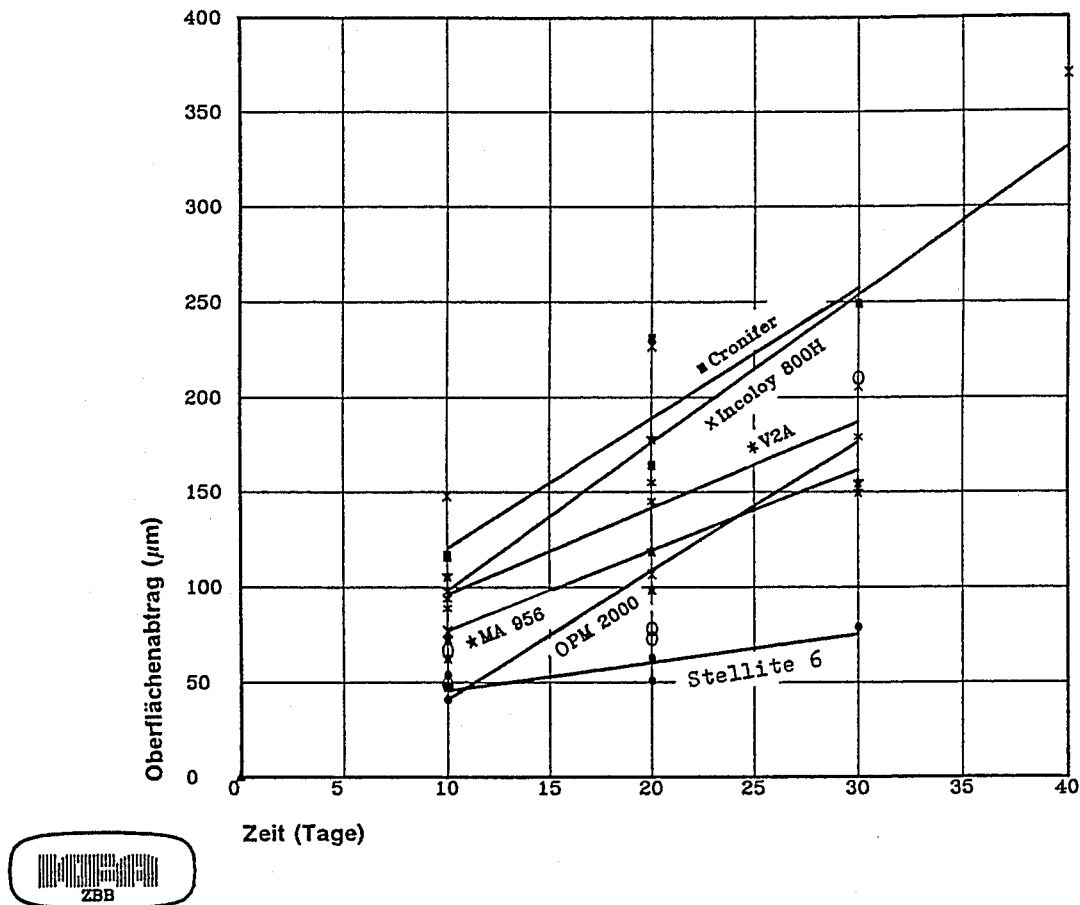


Abb. 6.24: Oberflächenabtrag von Stählen (K. Baumüller 1991).

- Alle Korrosionsschichten haften schlecht auf der Unterlage (mit Ausnahme von Titan).
- Die geringste Korrosionsanfälligkeit von allen Metallen zeigte Titan. Nach Bildung einer anfänglichen Passivierungsschicht wird nur noch wenig Arsen zusätzlich aufgenommen. Ebenso nimmt der Oberflächenabtrag nur langsam mit der Zeit zu.

Titanitrid, Chrom, Titan und Boroxid wurden als Schutzschichten auf nickelhaltigen Stählen untersucht. Es ergaben sich folgende Ergebnisse:

- Titanitrid bildet keinen Schutz vor Arsen. Die TiN-Schicht ist unter den Versuchsbedingungen nicht dicht gegen Arsen, so daß unterhalb des TiN Korrosion auftritt.
- Chrom bildet ebenfalls keinen Schutz, da es selbst stark von Arsen angegriffen wird (s. Abb. 6.25).

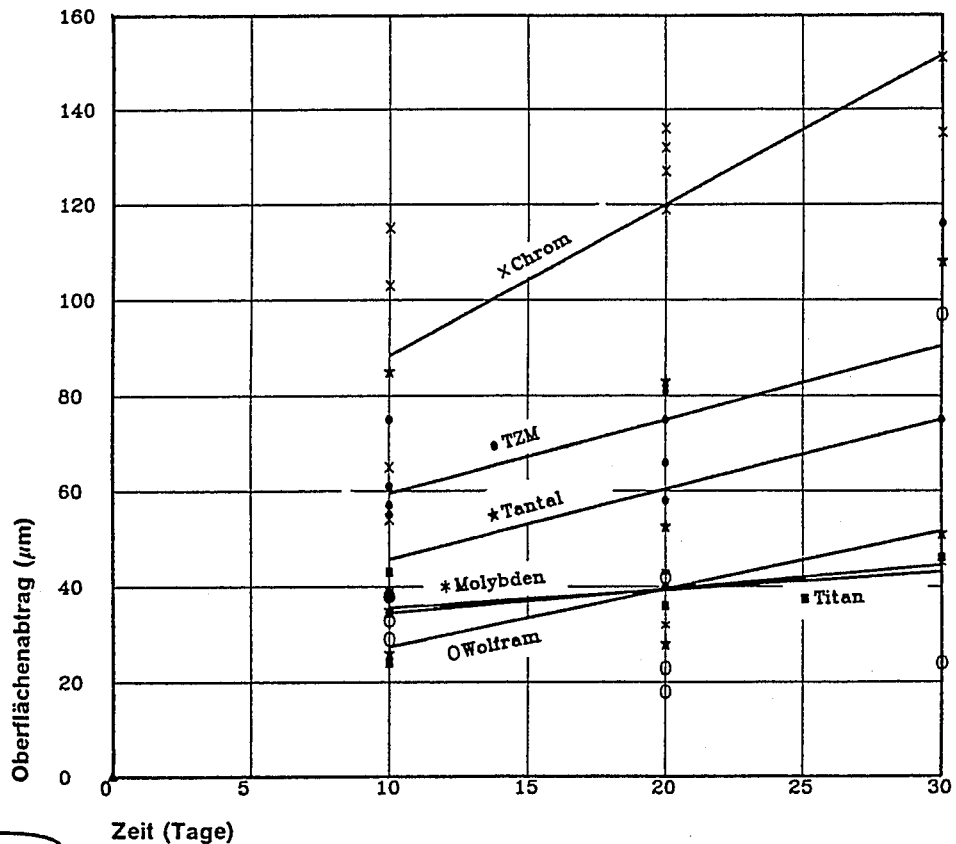


Abb. 6.25: Oberflächenabtrag von "korrosionsfesten" Metallen (K. Baumüller 1991).

- Boroxid war während der Versuchsdauer von 30 Tagen ein absoluter Schutz gegen Arsen.
- Titan wurde mit dem Plasmasprayverfahren mit Schichtdicken von 500 – 1000 µm aufgebracht. Die Schichten sind unter den Versuchsbedingungen nicht vollständig dicht gegenüber Arsen. Durch die Poren dringt Arsen ein und greift das Titan an. Während der Versuchsdauer von 30 Tagen war aber die 500 µm-Schicht dick genug, um das Grundmaterial (Incoloy 800 H) vor dem Arsenangriff zu schützen.
- Titan-Plasmasprayschichten wurden nachträglich mit einem Laser aufgeschmolzen. Die so erhaltenen Schichten haben die gleichen guten Eigenschaften wie massives Titan.

Es wurden folgende Keramiken untersucht: BN, TiB₂, AlN, Makor (eine Glaskeramik) und SiC sowie Mischungen von ihnen und unterschiedlich dichte Mischungen.

Alle untersuchten Proben wiesen eine absolute As-Beständigkeit auf. Es konnte keine Korrosion bzw. Anlagerung von Arsen festgestellt werden (K. Baumüller 1991).

Einige von den untersuchten metallischen Werkstoffen wiesen eine relativ geringe Korrosionsempfindlichkeit gegen Arsen auf. Aus dem Wachstum, über die Zeit, der Korrosionsschichten bei diesen Werkstoffen wurde ersichtlich, daß ein Rezipientbehälter aus diesen Werkstoffe eine ausreichende As-Beständigkeit über eine relativ lange Zeit (mindestens 20 Kristallziehperioden) aufweisen könnte. Von diesen Werkstoffen können nur drei für einen eventuellen Einsatz bei der HWC-Metallapparatur, im Zusammenhang mit den übrigen Anforderungen, in Frage kommen:

- Incoloy MA 956,
- TZM,
- Titan.

Diese Werkstoffe werden im folgenden bezogen auf ihre Geeignetheit für den Bau der HWC-Metallapparatur analysiert:

- Incoloy MA 956 ist ein mechanisch legierter, dispersionsgehärteter, ferritischer Werkstoff. Die chemische Zusammensetzung von diesem Werkstoff wird in der Tabelle 6.1 angegeben. Incoloy MA 956 weist eine relativ hohe Festigkeit bei hohen Temperaturen (0,2 %-Dehngrenze bei 700 °C $R_{p0,2} = 150 \text{ N/mm}^2$), Beständigkeit gegen Oxidation (bis mind. 900 °C), Beständigkeit gegen Aufkohlung und Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen auf. Die oxidische Dispersionshärtung (OHD) verleiht der Legierung Incoloy MA 956 ihre hohe mechanische Festigkeit. Die Härtung erfolgt durch Zugabe von Yttriumoxid (Y_2O_3). Die Oxide sind als fremdphasige Teilchen in die Legierungsmatrix eingelagert, wo sie das Gleiten behindern. Die Hochtemperatur-Festigkeit von Incoloy MA 956 wird durch eine spezielle thermomechanische Behandlung erzielt. Diese Behandlung führt, z.B. bei Blechen, zu einer groben, flachen Kornstruktur. In der Blechebene erreichen die Körner einen Durchmesser von 20 µm. Die Dicke der Körner beträgt 0,2 – 0,5 µm. Das ungewöhnliche Gefüge verleiht dem Material annähernd isotrope Eigenschaften in der Blechebene sowie seine Hochtemperatur-Festigkeit (Inco Alloys International, Inc. 1988). Beim Schweißen wird aber diese Grobkornstruktur zerstört. Es findet eine Entmischung des Gefüges statt. Der geschweißte Bereich verliert somit seine Hochwarm- und Korrosionsfestigkeit. Dadurch entsteht ein entscheidender Nachteil für den Einsatz dieses Werkstoffes bei der HWC-Metallapparatur.
- TZM ist die handelsübliche Bezeichnung einer der wichtigsten Molybdänlegierungen. Die chemische Zusammensetzung von TZM wird in Tabelle 6.1 angegeben. Durch Einlagerung von feinstdispersen Teilchen (Legierungsbestandteile) kann bei TZM das unerwünschte Kornwachstum des reinen Molybdäns bei hohen Temperaturen gehemmt und dadurch seine Warmfestigkeit beträchtlich erhöht werden. Die

Rekristallisation von TZM beginnt bei 1250 °C. Die Zugfestigkeit von entspannungsgeglühten TZM-Bleichen (Dicke 1 mm) bei 700 °C beträgt $R_m = 860 \text{ N/mm}^2$. In Luft oder sauerstoffhaltiger Atmosphäre ist die Oxidation von Molybdän und TZM bis 400 °C nicht nennenswert. Bei etwa 400 °C setzt zunächst schwache und über 600 °C starke Oxidation ein, bei etwa 700 °C beginnt das Molybdäntrioxid zu sublimieren (Metallwerk Plansee 1985). Dies bedeutet, daß bei den Trennstellen eines Rezipientbehälters aus TZM nicht eine hydroviskose Dichtung mit Boroxid eingesetzt werden kann. Dieser Rezipientbehälter muß bei geschlossenem Sicherheitsbehälter unter Vakuum oder unter Schutzgas aufgeheizt werden. Besonders problematisch ist auch bei diesem Werkstoff das Schweißen, das für die Fertigung des Rezipientbehälters und der dazugehörigen Komponenten unvermeidbar ist. Beim Schweißen wird die Rekristallisationstemperatur von TZM über eine längere Zeit bei der empfohlenen Schweißgeschwindigkeit von 6 – 10 cm pro Minute überschritten. Dadurch wird eine Gefügeumwandlung verursacht. Diese Kornneubildung ist mit einer starken Verminderung von Festigkeit und Härte verbunden, erhöht die Bruchneigung. Dies kann nur durch neuerliche Umformung wie Walzen, Hämmern und Ziehen rückgängig gemacht werden, was in unserem Fall aus verschiedenen Gründen ausgeschlossen wird. Aus diesen Gründen ist TZM für die HWC-Metallapparatur nicht besonders geeignet.

- Die untersuchte Titansorte (Werkstoff-Nr.: 3.7035) ist technisch reines Titan. Dies zeigte die beste As-Resistenz von allen untersuchten Metallen. Diese Titansorte, sowie auch mit einem Legierungszusatz von 0,15 % Pd, wird aufgrund ihrer Korrosionsbeständigkeit im chemischen Apparatebau angewendet. Aufgrund der niedrigen Festigkeit darf reines Titan bis zu einer Temperatur von 250 °C eingesetzt werden. Darüber wird dieser Werkstoff weich. Es eignet sich besonders zur Kaltumformung. Darüberhinaus wird die untersuchte Titansorte als Aufschlagwerkstoff von Sprengplattierungen der Paarung Titan/Stahl eingesetzt. Diese Sprengplattierung ermöglicht eine vorteilhafte Kombination des korrosionsbeständigen Titans mit dem Stahl höherer Festigkeit zur Auskleidung von Apparaturen bis zu einer Einsatztemperatur von 500 °C (K. Rüdinger 1971). Titanlegierungen wie z.B. TiAl6V4 werden bis max. 600 °C eingesetzt.

Aus diesen Gründen wird ersichtlich, daß diese Werkstoffe nicht für den Rezipientbehälter und die anderen Komponenten der HWC-Metallapparatur geeignet sind. Die einzige Möglichkeit zur technischen Realisierung einer As-beständigen HWC-Metallapparatur besteht z.Z. in einer Beschichtung von hochwarmfesten Stählen mit As-schützenden Materialien. Als Schutzschichten können Titan oder Boroxid verwendet werden.

Das Titan kann mit dem Plasmasprayverfahren auf das Grundmaterial aufgebracht werden, wie in den Korrosionstests erprobt wurde. Dazu soll die Temperaturbeständigkeit der Titan-Schutzschicht, insbesondere wegen des unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten mit dem Grundmaterial, in weiteren Versuchen untersucht werden und danach das Beschichtungs-Verfahren eventuell optimiert werden.

Das Boroxid bietet einen hohen Schutz vor Arsen. Die Korrosionstests haben gezeigt, daß eine dünne Schicht von geschmolzenem Boroxid zum absoluten Schutz des Grundmaterials gegen Arsen ausreicht. Dazu soll noch ein geeignetes Verfahren zur Beschichtung mit Boroxid von großen vertikalen Oberflächen, wie z.B. die innere Wandung des Rezipienten, entwickelt werden. Es muß eine gleichmäßige, dichte Verteilung der Boroxid-Schutzschicht über die gesamte Oberfläche gewährleistet werden. Diese Schicht muß zusätzlich über eine längere Zeit bei Betriebstemperatur, wobei das Boroxid zähflüssig ist, aufrechterhalten werden. Zu diesem Zweck soll in Versuchen die Beständigkeit der erforderlichen Schutzschicht, insbesondere von vertikal angeordneten Oberflächen, über die Zeit bei 700 °C untersucht werden.

Vorversuche mit einem innen mit Boroxid beschichteten vertikal angeordneten Rohr (Innendurchmesser 100 mm, Höhe 170 mm) haben gezeigt, daß eine, über die gesamte beschichtete Oberfläche, mittlere Boroxidschicht von 50 µm über eine Standzeit von 90 Stunden bei 700 °C bestehend blieb (M. Heybutzki 1990).

Anschließend sollen As-Korrosionstests von vertikal angeordneten B₂O₃-beschichteten Proben durchgeführt werden.

Als Grundmaterial sollen für die HWC-Metallapparatur hochwarmfeste, oxidationsbeständige und gut verarbeitbare metallische Werkstoffe eingesetzt werden. Zu diesem Zweck wurde eine analytische Werkstoff-Recherche erstellt (H. Heybutzki 1991). Daraus wurden folgende Werkstoffe als besonders geeignet ausgewählt:

- Inconel 718 (nach Werkstoff-Leistungsblatt 2.4668). Es handelt sich um eine hochwarmfeste Nickellegierung. Die Zusammensetzung der wichtigsten Bestandteile dieser Legierung wird in Tabelle 6.2 angegeben. Inconel 718 eignet sich für Bauteile, die bis 700 °C hochwarmfest und bis 980 °C zunderbeständig (oxidationsbeständig) sein sollen, z.B. Turbinenscheiben, Gehäuse und Teile von Flüssigkeitsraketen. Die 0,2 %-Dehngrenze der Legierung beträgt bei 700 °C $R_{P0,2} = 870 \text{ N/mm}^2$ und bei 800 °C $R_{P0,2} = 640 \text{ N/mm}^2$. Die geeignete Temperatur für ein Formgeben dieses Materials liegt zwischen 1120 und 950 °C. Inconel 718 kann im lösungsgeglühten Zustand mit dem WIG- und MIG-Verfahren einwandfrei geschweißt werden. Dabei muß wegen des hohen Nb-Gehaltes auf einwandfreie Abschirmung durch Schutzgas geachtet werden. Nach dem Schweißen ist Lösungsglühen und Auslagern erforderlich. Aus diesem Werkstoff werden Bleche, Bänder, Stangen, Rohre, Schmiedestücke und Schweißdraht als Halbzeug hergestellt.
- NiCr20TiAl (nach Werkstoff-Leistungsblatt 2.4631). Es handelt sich wieder um eine hochwarmfeste Nickellegierung. Die Zusammensetzung der wichtigsten Bestandteile der Legierung werden in Abb. 6.2 angegeben. Die besonderen Eigenschaften dieser Legierung bestehen darin, daß sie aushärtbar, hochwarmfest, zunderbeständig bis etwa 1000 °C und schweißbar ist. Sie eignet sich besonders für Schrauben für Betriebstemperaturen bis 815 °C. Die 0,2 %-Dehngrenze der Legierung beträgt bei 700 °C $R_{P0,2} = 628 \text{ N/mm}^2$ und bei 800 °C $R_{P0,2} = 431 \text{ N/mm}^2$. Die geeignete Tem-

peratur für ein Warmformgeben dieses Materials liegt zwischen 1050 und 950 °C. NiCr20AlTi wird nach dem WIG- und MIG-Verfahren geschweißt. Dabei muß man aufgrund des Ti- und Al-Gehaltes auf einwandfreien Gasschutz achten. Nach dem Schweißen ist Lösungsglühen und Auslagern erforderlich. Aus diesem Werkstoff werden Bleche und Bänder als Halbzeug hergestellt.

Legierung	C	Al	Cr	Fe	Ti	Nb	Mo	Ni
Inconel 718	0,05	–	19	18	–	5	3	Rest
NiCr20TiAl	0,1	1,4	20	0,7	2,3	–	–	Rest

Tabelle 6.2: Zusammensetzung von Inconel 718 und NiCr20TiAl in Gew.-%.

7. Ausblick

Bei den durchgeführten Kristallzuchtversuchen wurde die Funktionsfähigkeit der HWC-Quarzglasapparatur unter realen Bedingungen festgestellt. Der hergestellte GaAs-Einkristall wies eine hohe strukturelle Perfektion auf. Darüberhinaus wies die Erprobung der Apparatur auf die ersten erforderlichen Verbesserungen im Hinblick auf einen optimalen Betrieb der Anlage und eine optimale Prozeßführung der Kristallzucht hin. Darin werden folgende Punkte einbezogen:

- Isolierung bzw. Beheizung des Rezipienten-Bereichs oberhalb des Tiegels. Dadurch soll eine Reduzierung der Wärmeverluste des Tiegels bzw. eine Erhöhung der Temperatur der Rezipientwand in diesem Bereich auf die erforderliche Betriebstemperatur von 700 °C erreicht werden, vgl. Wärmebilanz Kap. 5.2. Darüberhinaus wird durch diese Maßnahme eine Durchmesservergrößerung des wachsenden Kristalls bei absinkender Heizleistung der Schmelze begünstigt, vgl. Kap. 3.6.2.2.
- Anwendung der Wägetechnik zur automatischen Regelung des Durchmesserverlaufs des wachsenden Kristalls. Dazu dienen die Gewichtssensoren der magnetischen Lagerung der Ziehwellen. Über die Differenz zwischen der gemessenen Gewichtsänderung des Kristalls und einer Soll-Gewichtsänderung kann mit Hilfe eines automatischen Regelkreises die Heizleistung der Schmelze bzw. die Ziehgeschwindigkeit verstellt werden, vgl. Kap. 3.4.2. Dazu muß ein geeigneter Regelkreis eingesetzt werden. Diese Technik kann die bisher angewandte optische Durchmesserregelung ergänzen bzw. ersetzen.
- Auskleidung der inneren Rezipientwand im Bereich oberhalb des Tiegels. Diese Maßnahme schützt vor einem eventuell auftretenden kritischen Fall für die Anlagensicherheit. Dadurch kann eine Zerstörung des Quarzglases durch Spritzer der GaAs-Schmelze, die auf die Rezipientwand treffen, infolge eines schnellen Erstarrens der Schmelze vermieden werden. Dieser kritische Fall kann durch einen Ausfall der HF-Heizung verursacht werden. Als Auskleidung kann ein BN-Mantel oder eine Graphitfolie verwendet werden. Diese können zusätzlich als Wärmeisolierung bzw. Strahlungsschild zur Reduzierung der Wärmeverluste des Tiegels in diesem Bereich des Rezipienten wirken.
- Zweizonen-Heizsystem des Dombereiches. Dadurch soll die auftretende Inhomogenität des axialen Temperaturfeldes der Domheizung ausgeglichen werden, vgl. Kap. 3.6.2.1. Der erste Heizkreis soll den Bereich des Domes, in dem der Rotor sich befindet, beheizen. Zur Erwärmung dieses Bereichs tragen zusätzlich die Wärmeverluste des Tiegels bei. Der zweite Heizkreis soll den darüber liegenden Bereich des Domes beheizen. Die Heizkreise sollen separat zur Aufrechterhaltung der HWC-Betriebstemperatur von 700 °C über den gesamten Dom geregelt werden. Beide Heizungen können nach dem Prinzip der erstellten Domheizung gebaut werden. Dazu können die gleiche Isolation und die erstellten Kühlsysteme eingesetzt werden, vgl. Kap. 4.

- Zusammenschmelzen des Rezipienten bei fixiertem Heiz- und Kühlsystem des Domes an der vertikalen Glasdrehmaschine. Dadurch kann der Ein- und Ausbau der Apparatur bei jedem Versuch vereinfacht werden, vgl. Kap. 3.5. Dazu muß die Montage bzw. Demontage des Rezipient-Oberteils bei fixierter Domheizung durchführbar sein. Um dies bei der vorhandenen Glasdrehmaschine mit einem maximalen Abstand zwischen den Backen der Spannfutter von 2660 mm zu ermöglichen, muß die Länge des Dombereiches der Apparatur und damit das Heiz- und Kühlsystem um mindestens 100 mm verringert werden. Außerdem muß eine einwandfreie Drehung des Rezipient-Oberteils innerhalb des Heizrohres zur Justierung und zum Zusammenschmelzen des Rezipienten gewährleistet werden. Bei den Längen und den vorkommenden Toleranzen im Durchmesser der verwendeten Quarzglasteilen ist dies nur bei einer Verkleinerung des Durchmessers des Dombereiches und damit der magnetischen Lagerung realisierbar.
- Doppelwandige innere Sicherheitskapsel. Obwohl durch die vorhandene innere Sicherheitskapsel, vgl. Kap. 3.4.9.2., die Wärmeverluste des Rezipient-Unterteils aufgenommen werden, tritt eine Erwärmung der Wandung zwischen den Kühlschleifen auf. Um eine homogene Abkühlung zu ermöglichen, muß das Kühlwasser über die gesamte Fläche der Kapsel strömen. Dazu soll die Kapsel doppelwandig, wie das Kühlsystem des Domes, ausgeführt werden. Zwischen den Wänden sollen die Kühlkanäle so ausgelegt werden, daß eine gleichmäßige Verteilung des Kühlwassers gewährleistet wird.

Darüberhinaus soll für die Zukunft die automatisierte Prozeßführung der Kristallzucht entwickelt werden. Dazu gehören die Aufheizphase, der Ziehvorgang in Verbindung mit der Wägetechnik und die Abkühlphase. Für die Temperaturregelung ist ein Regel- und Steuersystem erforderlich, das die verschiedenen Heizkreise in Abhängigkeit vom Prozeßablauf regeln kann.

Durch die entwickelte HWC-Metallapparatur soll der Übergang von der wissenschaftlichen Versuchsanlage zu einer industriellen Produktionsanlage für die Herstellung von GaAs-Einkristalle erreicht werden. Zur technischen Realisierung dieser Apparatur sollen noch folgende Schritte durchgeführt werden:

- Korrosionstests von beschichteten metallischen Werkstoffen. Die einzige Möglichkeit zur technischen Realisierung einer As-beständigen HWC-Metallapparatur besteht z.Z. in einer Beschichtung von hochwarmfesten, oxidationsbeständigen metallischen Werkstoffen, wie z.B. Inconel 718, mit As-schützenden Materialien. Als Schutzschichten können Titan oder Boroxid verwendet werden. Insbesondere soll die Korrosionsbeständigkeit von vertikal angeordneten B_2O_3 -beschichteten Proben untersucht werden. Dazu soll ein geeignetes Verfahren zur Beschichtung mit Boroxid von großen vertikalen Oberflächen, wie z. B. die innere Wandung des Rezipienten, entwickelt werden.
- Optimierung der thermischen Verhältnisse im Rezipient. In erster Linie sollen in einer neuen Wärmebilanz die Art der Heizung, der Isolation sowie auch die Art und

die Anzahl der Strahlungsschilde im Rezipient ermittelt werden, so daß die gestellten thermischen Anforderungen optimal erfüllt werden. Dabei muß insbesondere auf die Einschränkungen bei der Heizleistung des Tiegels und der Rezipientwandtemperatur geachtet werden. Anschließend sollen die thermischen Verhältnisse im Rezipient bei real ähnlichen Bedingungen mit Hilfe eines vorhandenen Testbehälters in Originalgröße experimentell untersucht werden, vgl. Kap. 6.6.

- Fertigung und Erprobung der konstruierten Prüfvorrichtung für eine hydroviskose Dichtung an den Trennstellen des Rezipienten, vgl. Kap. 6.5.1.3. Dabei soll hauptsächlich die Dichtheit, die Montage und die Demontage der entwickelten Dichtung überprüft werden. Als dichtendes Medium wird geschmolzenes Boroxid eingesetzt.
- Dauertest der endgültigen Version der entwickelten mechanischen Zieh- und Drehvorrichtung, vgl. Kap. 6.5.2. Diese soll bei der HWC-Metallapparatur eingesetzt werden. Nach dem gleichen Prinzip existiert eine Hub- und Drehvorrichtung für den GaAs-Tiegel. Bei der Auslegung des unteren Bereichs der Apparatur wurde ein eventueller Einsatz dieser Vorrichtung vorgesehen, wobei die einfachere technische Integration der Hub- und Drehvorrichtung bei der Metallapparatur zu berücksichtigen ist.
- Fertigung und Erprobung der optimierten Stromdurchführung für den Tiegelheizer, vgl. 6.5.3.3. Dazu sollen insbesondere in der vorhandenen Testeinrichtung der Durchgangswiderstand, die Verlustleistung und die Erwärmung der Stromdurchführung bei einer Stromstärke, die zur Übertragung der Heizleistung des Tiegels erforderlich ist, festgestellt werden.
- Entwicklung eines gasdichten und korrosionsfesten Druckmeßsystems zur Erfassung des As-Dampfdruckes im Rezipient.
- Entwicklung eines optischen Systems zur Überwachung des Ziehvorganges. Dazu kann ein beheizbares Schauglas oder einer Quarzglasstab, der möglichst nah zur wärmestrahrenden GaAs-Schmelze geführt wird, eingesetzt werden.
- Bau eines Anlage-Prototyps nach dem erstellten Entwurf, vgl. Kap. 6.4. Dabei werden alle entwickelten Anlage-Komponenten eingesetzt.
- Erprobung der Anlage in GaAs-Kristallzuchtversuchen.

Die Erkenntnisse aus dem weiteren Betrieb der HWC-Quarzglasapparatur als wissenschaftliche Versuchsanlage und die Entwicklung einer HWC-Metallapparatur als industrielle Produktionsanlage schaffen die Hoffnung, einen neuen Weg für den Einsatz von GaAs im Markt der Computer- und Nachrichtentechnik zu öffnen.

8. Literaturverzeichnis

- R. Anders 1985: in "Werkstoffe der Halbleitertechnik", VEB Deutscher Verlag für Grundindustrie, Leipzig
- K. Axmacher 1991: Diplomarbeit in Vorbereitung, FH Aachen, Abt. Jülich
- K. Baumüller, Chr. Meixner, K.-H. Trompa, J. Weißenburg 1991: KFA-Bericht, JÜL-2511, Forschungszentrum Jülich
- K. Boden, H. Ibach, U. Linke 1986: Patentschrift DE 3432467 C1, Bundesdruckerei
- K. Boden 1990: KFA-Jahresbericht 1990, Forschungszentrum Jülich
- K. Boden 1991: IGV, Forschungszentrum Jülich, persönliche Mitteilung
- L. Britz, W. Krug, J. Seferiadis 1991: Patentschrift DE 3904195 C2, Bundesdruckerei
- M. Brodsky 1990: Spektrum der Wissenschaft, April 46-55
- J.R. Carruthers, K. Nassau 1968: J. Appl. Phys. 39, No. 11, 5205
- J. Czochralski 1918: Zeitschrift für phys. Chemie 92, 219
- W. Fédin 1990: Diplomarbeit, Fachbereich für Maschinenbau/Konstruktionstechnik, FH Aachen
- W.A. Gault, E.M. Monberg 1986: J. Crystal Growth 74, 491-506
- V. Gnielinski 1988: in "VDI-Wärmeatlas", Verein Deutscher Ingenieure, VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (Hrsg.), VDI-Verlag, Düsseldorf
- B.C. und J.G. Grabmeier 1972: J. Crystal Growth 13/14, 635-639
- R. Gremmelmaier 1956: Zeitschrift für Naturforschung 11a, 511-513
- U. Groke, H.R. Kötter, Chr. Meixner, G. Segelhorst 1991: Interner Bericht KFA-ZAT-NPT-IB-1/91, Forschungszentrum Jülich
- H.-F. Hadamovsky 1985: in "Werkstoff der Halbleitertechnik", VEB Deutscher Verlag für Grundindustrie, Leipzig
- A. Hahn 1989: Diplomarbeit, Fachbereich für Maschinenbau/Konstruktionstechnik, FH Aachen

- Heinzinger 1989: Informationsschrift über TN-Geräte der Fa. Heinzinger electronic, Rosenheim
- Heraeus-Quarzschmelze 1985: "Quarzglas und Quarzglas", Informationsschrift der Fa. Heraeus, Hanau
- Heraeus-Quarzschmelze 1988: "Quarzglasrohre für Halbleiterprozesse", Informationsschrift der Fa. Heraeus, Hanau
- H. Heybutzki, W. Krug, J. Seferiadis 1990: Offenlegungsschrift DE 3830929 A1, Bundesdruckerei
- M. Heybutzki 1990: ZBB, Forschungszentrum Jülich, persönliche Mitteilung
- H. Heybutzki 1991: ZAT-PI, Forschungszentrum Jülich, persönliche Mitteilung
- J.R. Howell 1982: "A catalog of RADIATION CONFIGURATION FACTORS", McGraw-Hill Book Company, New York
- Inco Alloys International, Inc. 1988: "Mechanically Alloyed Products", Informationsschrift der Fa. Inco Alloys International Ltd., Hereford, England
- A.S. Jordan, J.M. Parsey 1988: Mat Res. Bulletin Oct., 36-43
- K. Karagiannakos 1988: Diplomarbeit, Institut für Brennstoffchemie und Phys.-Chem. Verfahrenstechnik, RWTH Aachen
- W. Kast, H. Klan 1988: in "VDI-Wärmeatlas", Verein Deutscher Ingenieure VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (GVC) (Hrsg.), VDI-Verlag, Düsseldorf
- W. Krug 1988: "Solartechnik II", Vorlesung an der FH Aachen, Abt. Jülich, KFA Jülich
- Metallwerk Plansee 1985: Informationsschrift über Molybdän der Fa. Metallwerk Plansee, Ostfildern
- M. Michelcic, K. Wingerath, C. Pirron 1984: J. Crystal Growth 69, 472
- K. Nitzsche, H.-J. Ulrich 1986: "Funktionswerkstoffe der Elektrotechnik und Elektronik", Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg
- Philips 1989: "Miniatur-Mantel-Heizleiter", Informationsschrift der Fa. Philips, Kassel

PROFEM 1989: "Parameterstudie für die thermische Berechnung eines GaAs-Schmelzofens", PROFEM Finite Elemente Methode Ingenieurges. mbH, Aachen

PROFEM 1990: "Temperaturfeldanalyse an einem GaAs-Schmelzofen mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode, Testbehälter 2", PROFEM Finite Elemente Methode Ingenieurges. mbH, Aachen

K. Rüdinger 1971: "Sprengplattierungen mit Titan als Auflagewerkstoff", Sonderdruck der Fa. Continent, Krefeld

M. Seifert, H. Weiß 1985: in "Werkstoffe der Halbleitertechnik", VEB Deutscher Verlag für Grundindustrie, Leipzig

F. Stelzer 1966: "Temperaturverläufe in bifilaren Wärmeaustauscher", ZIR-Bericht Nr. 33, KFA-Jülich

F. Stelzer 1989: "Betrachtungen zu den thermischen Verhältnissen eines außengekühlten Ofens", KFA-ZAT-Gruppe Auslegung, Forschungszentrum Jülich

F. Stelzer 1989: "Zeitlicher Temperaturverlauf in der Wand eines Behälters mit Boroxid-Dichtungen", KFA-ZAT-Gruppe Auslegung, Forschungszentrum Jülich

L. Thier 1990: Diplomarbeit, Fachbereich für Physikalische Technik, FH Aachen, Abt. Jülich

W. Uelhoff 1987: "The Physics of Czochralski Crystals Growth", Festkörperprobleme 27, 241-263

H. Wenzl, K. Mika, D. Henkel 1990: J. Crystal Growth 100, 377-394

H. Wenzl, A. Dahlen, A. Fattah, S. Petersen, K. Mika, D. Henkel 1991: J. Crystal Growth 109, 191-204

U. Wiese 1987: DGKK-Mitteilungsblatt 45, 5-13

K.-Th. Wilke 1973: "Kristallzüchtung", VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin

H. Wyrwich 1989: "Berechnung der Spannungen und Verformungen in einem Kühlmantel", KFA-ZAT-Gruppe Auslegung, Forschungszentrum Jülich

Anhang

- Berechnungsprogramme "HWC1" ... "HWC5" zur Ermittlung der Erwärmung der Segemente 1 ... 5 des Rezipienten der HWC-Quarzglasapparatur infolge der abgegebenen Wärme des GaAs-Tiegels (vgl. Kap. 5.1.2.). Verwendete Programmiersprache BASIC 4.0.
- Berechnungsprogramm "H-T" zur Ermittlung der Heizleistung des GaAs-Tiegels der HWC-Quarzglasapparatur (vgl. Kap. 5.2.). Verwendete Programmiersprache BASIC 4.0.

```

10 ! Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur, Segment 1
20 ! 11.9.91, "HWC1"
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT "Wärmebilanz HWC1"
70 PRINT "-----"
80 INPUT "Untere Temperaturgrenze - C ???", T2u
90 PRINT "Untere Temperaturgrenze T2u - C :", T2u
100 INPUT "Obere Temperaturgrenze - C ???", T2o
110 PRINT "Obere Temperaturgrenze T2o - C :", T2o
120 INPUT "Temperaturintervall - C ???", Step2
130 PRINT "Temperaturintervall Step2 - C :", Step2
140 INPUT "Alle Daten : 1 --- Endwert : 2", Dat
150 IF Dat=2 THEN 170
160 GOTO 190
170 INPUT "Mindestwert für Dq - W ???", Dq
180 PRINT "Mindestwert für Dq-Q1-Q2 - W :", Dq
190 !
200 INPUT "PRINTER : 9 --- Bildschirm : 1", Dr
210 IF (Dr=9) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Drucker"
220 IF (Dr=1) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Bildschirm"
230 IF (Dr=1) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Bildschirm"
240 IF (Dr=9) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Drucker"
250 PRINTER IS Dr
260 INPUT "Korrektur erforderlich ? JA : 1 --- NEIN : 0", Kor
270 IF Kor=1 THEN 50
280 PRINT
290 !
300 Eps1=.64 ! Emissionskoeff. Tiegel
310 Eps2=.5 ! Emissionskoeff. Quarzglas
320 R1=1-Eps1 ! Reflektionskoeff. Tiegel
330 R2=.035 ! Reflektionskoeff. Quarzglas
340 D1=.115 ! m, äusserer Durchmesser Tiegel
350 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglas
360 D3=.130 ! m, äusserer Durchmesser Quarzglas
370 L1=.11 ! m, Tiegellänge
380 Fi12=1 ! Einstrahlzahl
390 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
400 Lamas=.056 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsen
410 Lamq=2.25 ! W/mK, Wärmeleitf. Quarzglas
420 Lam1=4.9E-2 ! W/mK, Wärmeleitf. Luft
430 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
440 Nue1=6.45E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Luft
450 Pr1=.71 ! Pr-Zahl Luft
460 T1=1300 ! C, Tiegelttemp.
470 Tu=25 ! C, Umgebungstemp.
480 A1=PI*L1*D1 ! m2, Tiegeloberfläche
490 A2=PI*L1*D2 ! m2, innere Oberfläche Quarzrohr
500 A3=PI*L1*D3 ! m2, äussere Oberfläche Quarzrohr
510 Fi21=A1/A2*Fi12 ! Einstrahlzahl
520 !
530 !
540 FOR A=.25 TO .5 STEP .05
550 PRINT TAB(15), "korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas A :"; A
560 PRINT TAB(15), "-----"
570 PRINT
580 PRINT USING 940
590 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
600 FOR T2=T2u TO T2o STEP Step2
610 E2=Eps2*Cs*((T2+273)/100)4 ! W/m2, emittierte Leistung Quarzglas
620 Qa=A*(1-R2)*A2*Fi21*(E1+R1*Fi12*E2)/(1-R1*R2*Fi12*Fi21)
630 Q1=PI*L1*(T1-T2)/(LOG(D2/D1)/(2*Lamas))
640 Qsi=Eps2*Cs*A2*((T2+273)/100)4

```

```

650 T3-T2
660 T31-T3
670 Tst1=.5*(T3+Tu) ! C, Stoffbezugstemp.
680 Beta1=1/(273+Tu) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Luft
690 Gr1=C*L1^3*Beta1*(T3-Tu)/Nuel^2 ! Gr-Zahl Luft
700 F1=(1+(.492/Pr1)^(9/16))^(16/9) ! Berechnungsbeiwert zur Nu-Zahl
710 Nup=(.825+.387*(Gr1*Pr1*F1)^(1/6))^2 ! Nu-Zahl Luft für Platte
720 Nul=Nup+(.97*L1/D3) ! Nu-Zahl Luft Zylinder
730 Alfau=Nul*Laml/L1 ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff.
740 K=1/(D3*LOG(D3/D2)/(2*Lamq)+1/Alfau) ! W/m2K, Wärmedurchgangskoeff.
750 Qd=K*A3*(T2-Tu)
760 Dt=Qd*LOG(D3/D2)/(2*PI*L1*Lamq)
770 T3-T2-Dt
780 IF ABS(T31-T3)<=.1 THEN 800
790 GOTO 660
800 Qsa=Eps2*Cs*A3*((T3+273)/100)^4
810 Q1=Qa+Q1
820 Q2=Qsi+Qsa+Qd
830 Qv=(1-A)*Qa/A+Qsa+Qd
840 IF Dat=1 THEN 860
850 GOTO 870
860 PRINT USING 930;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Q1,Qsi,Qsa,Qd
870 IF ABS(Q1-Q2)<Dq THEN PRINT USING 930;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Q1,Qsi,Qsa,Qd
880 NEXT T2
890 PRINT
900 NEXT A
910 PRINT
920 PRINT
930 IMAGE 2(4D.D),2(5D.D),X,3(5D.D),(4D.D),2(5D.D),(4D.D)
940 IMAGE 2X,"T2",4X,"T3",5X,"Q1",5X,"Q2",4X,"Q1-Q2",4X,"Qv",5X,"Qa",4X,"Q1",5X
,"Qsi",4X,"Qsa",3X,"Qd"
950 END

```

```

10 ! Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur,Segment 2
20 ! 13.9.91, "HWC2"-2.1
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT "Wärmebilanz HWC2"
70 PRINT "-----"
80 INPUT "Untere Temperaturgrenze - C ???",T2u
90 PRINT "Untere Temperaturgrenze T2u - C :",T2u
100 INPUT "Obere Temperaturgrenze - C ???",T2o
110 PRINT "Obere Temperaturgrenze T2o - C :",T2o
120 INPUT "Temperaturintervall - C ???",Step2
130 PRINT "Temperaturintervall Step2 - C :",Step2
140 INPUT "Alle Daten : 1 --- Endwert : 2",Dat
150 IF Dat=2 THEN 170
160 GOTO 190
170 INPUT "Mindestwert für Dq - W ???",Dq
180 PRINT "Mindestwert für Dq-Q1-Q2 - W :",Dq
190 !
200 INPUT "PRINTER : 9 --- Bildschirm : 1",Dr
210 IF (Dr=9) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Drucker"
220 IF (Dr=1) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Bildschirm"
230 IF (Dr=1) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Bildschirm"
240 IF (Dr=9) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Drucker"
250 PRINTER IS Dr
260 INPUT "Korrektur erforderlich ? JA : 1 --- NEIN : 0",Kor
270 IF Kor=1 THEN 50
280 PRINT
290 !
300 !
310 Eps1=.36 ! Emissionskoeff. GaAs
320 Eps2=.85 ! Emissionskoeff. Quarzglasrohr
330 Eps3=.88 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Deckel
340 R1=1-Eps1 ! Reflektionskoeff. GaAs
350 R2=.035 ! Reflektionskoeff. Quarzglasrohr
360 R3=R2 ! Reflektionskoeff. Quarzglas-Deckel
370 D1=.115 ! m, äußerer Durchmesser Tiegel
380 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglasrohr
390 D3=.130 ! m, äusserer Durchmesser Quarzglasrohr
400 L1=.2 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 2
410 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
420 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
430 Lamas=.052 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
440 Nueas=4.7E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Arsendampf
450 Pras=1.16 ! Pr-Zahl Arsendampf
460 Lamq=1.8 ! W/mK, Wärmeleitf. Quarzglas
470 Lam1=3.7E-2 ! W/mK, Wärmeleitf. Luft
480 Nuel=3.40E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Luft
490 Pr1=.705 ! Pr-Zahl Luft
500 T1=1300 ! C, Tiegeltemp.
510 T3m=329 ! C, mittl. Temp. Quarzglas-Deckel
520 Tu=25 ! C, Umgebungstemp.
530 A1=PI*D1^2/4 ! m2, Tiegeloberfläche
540 A2=PI*L1*D2 ! m2, innere Oberfläche Quarzrohr
550 A3=PI*L1*D3 ! m2, äussere Oberfläche Quarzrohr
560 Ad=PI*D2^2/4 ! m2, innere Oberfläche Deckel
570 R=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi12
580 H=L1/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi12
590 Fi12=.5*(1-R^2-H^2+((1+R^2+H^2)^2-4*R^2)^.5) ! Einstrahlzahl
600 Fi21=Fi12*A1/A2 ! Einstrahlzahl
610 M=L1/D2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi22
620 Fi22=(1+M)-(1+M^2)^.5 ! Einstrahlzahl
630 K1=(D1/2)/L1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13
640 K2=(D2/2)/L1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13

```

```

650 X=1+(1+K2^2)/K1^2      ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13
660 Fi13=.5*(X-(X^2-4*(K2/K1)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
670 Fi31=Fi13*A1/Ad        ! Einstrahlzahl
680 H1=L1/D2               ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi32
690 Fi32=2*H1*((1+H1^2)^.5-H1) ! Einstrahlzahl
700 Fi23=Fi32*Ad/A2       ! Einstrahlzahl
710 !
720 !
730 FOR A=.25 TO .5 STEP .05
740 PRINT TAB(15),"korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas A :";A
750 PRINT TAB(15),"-----"
760 PRINT
770 PRINT USING 1210
780 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
790 C31=Ad*Fi31*Eps3*Cs*((T3m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Deckel-
Tiegel
800 C32=Ad*Fi32*Eps3*Cs*((T3m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Deckel-
Segment 2
810 FOR T2=T2u TO T2o STEP Step2
820 E2=Eps2*Cs*((T2+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Quarzglas
830 Qa=A*(1-R2)*A2*(Fi21*E1+R1*Fi21*C31/A1+C32/A2+(R1*Fi12*Fi21+Fi22)*(E2+R2*Fi
21*E1+R1*R2*Fi21*C31/A1+R2*C32/A2)/(1-R1*R2*Fi12*Fi21-R2*Fi22))
840 Tstas=.5*(T1+T2)         ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
850 Betaas=1/(273+Tstas)     ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Arsendampf
860 S=D2/2                   ! m, charakteristische Länge
870 Gras=G*Betaas*(T1-T2)*S^4/(Nueas^2*L1) ! Gr-Zahl Arsendampf
880 Nuas=.52*(Gras*Pras)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
890 Alfaas=Nuas*Lamas/S      ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Rezipient
900 Qlk=Alfaas*A2*(T1-T2)
910 Qsi=Eps2*Cs*A2*((T2+273)/100)^4
920 T3=T2
930 T31=T3
940 Tstl=.5*(T3+Tu)          ! C, Stoffbezugstemp. Umgebungsluft
950 Beta1=1/(273+Tu)         ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Umgebungsluft
960 Gr1=G*L1^3*Beta1*(T3-Tu)/Nue1^2 ! Gr-Zahl Umgebungsluft
970 Fl=(1+(.492/Pr1)^(9/16))^(16/9) ! Berechnungsbeiwert zur Nu-Zahl
980 Nup=(.825+.387*(Gr1*Pr1*Fl)^(1/6))^2 ! Nu-Zahl Luft für Platte
990 Nul=Nup+(.97*L1/D3)      ! Nu-Zahl Luft Zylinder
1000 Alfau=Nul*Laml/L1       ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Umgeb
ungsluft
1010 K=1/(D3*LOG(D3/D2)/(2*Lamq)+1/Alfau) ! W/m2K, Wärmedurchgangskoeff.
1020 Qd=K*A3*(T2-Tu)
1030 Dt=Qd*LOG(D3/D2)/(2*PI*L1*Lamq)
1040 T3=T2-Dt
1050 IF ABS(T31-T3)<=.1 THEN 1070
1060 GOTO 930
1070 Qsa=Eps2*Cs*A3*((T3+273)/100)^4
1080 Q1=Qa+Qlk
1090 Q2=Qsi+Qsa+Qd
1100 Qv=(1-A)*Qa/A+Qsa+Qd
1110 IF Dat=1 THEN 1130
1120 GOTO 1140
1130 PRINT USING 1200;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qlk,Qsi,Qsa,Qd
1140 IF ABS(Q1-Q2)<Dq THEN PRINT USING 1200;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qlk,Qsi,Qsa,
Qd
1150 NEXT T2
1160 PRINT
1170 NEXT A
1180 PRINT
1190 PRINT
1200 IMAGE 2(4D.D),4(5D.D),(4D.D),(5D.D),(4D.D),(5D.D),(4D.D)
1210 IMAGE 2X,"T2",4X,"T3",5X,"Q1",5X,"Q2",4X,"Q1-Q2",3X,"Qv",4X,"Qa",5X,"Qlk",3
X,"Qsi",4X,"Qsa",3X,"Qd"
1220 END

```

```

10 ! Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur, Segment 3
20 ! 15.9.91, "HWC3"
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT "Wärmebilanz HWC3"
70 PRINT "-----"
80 INPUT "Untere Temperaturgrenze - C ???", T2u
90 PRINT "Untere Temperaturgrenze T2u - C :", T2u
100 INPUT "Obere Temperaturgrenze - C ???", T2o
110 PRINT "Obere Temperaturgrenze T2o - C :", T2o
120 INPUT "Temperaturintervall - C ???", Step2
130 PRINT "Temperaturintervall Step2 - C :", Step2
140 INPUT "Alle Daten : 1 --- Endwert : 2", Dat
150 IF Dat=2 THEN 170
160 GOTO 190
170 INPUT "Mindestwert für Dq - W ???", Dq
180 PRINT "Mindestwert für Dq-Q1-Q2 - W :", Dq
190 !
200 INPUT "PRINTER : 9 --- Bildschirm : 1", Dr
210 IF (Dr=9) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Drucker"
220 IF (Dr=1) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Bildschirm"
230 IF (Dr=1) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Bildschirm"
240 IF (Dr=9) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Drucker"
250 PRINTER IS Dr
260 INPUT "Korrektur erforderlich ? JA : 1 --- NEIN : 0", Kor
270 IF Kor=1 THEN 50
280 PRINT
290 !
300 !
310 Eps1=.36 ! Emissionskoeff. GaAs
320 Eps2=.85 ! Emissionskoeff. Quarzglasrohr
330 Eps3=.88 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Deckel
340 R1=1-Eps1 ! Reflektionskoeff. GaAs
350 R2=.035 ! Reflektionskoeff. Quarzglasrohr
360 R3=R2 ! Reflektionskoeff. Quarzglas-Deckel
370 D1=.115 ! m, äusserer Durchmesser Tiegel
380 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglasrohr
390 D3=.130 ! m, äusserer Durchmesser Quarzglasrohr
400 Sq=2.5E-3 ! m, Wanddicke Quarzglas
410 L1=.2 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 2
420 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
430 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
440 Lamas=.052 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
450 Nueas=4.7E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Arsendampf
460 Pras=1.16 ! Pr-Zahl Arsendampf
470 Lamq=1.7 ! W/mK, Wärmeleitf. Quarzglas
480 Lam1=3.6E-2 ! W/mK, Wärmeleitf. Luft
490 Nuel=3.29E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Luft
500 Pr1=.705 ! Pr-Zahl Luft
510 T1=1300 ! C, Tiegeltemp.
520 T2m=353 ! C, mittl. Temp. Quarzglasrohr-Segment 2
530 Tu=25 ! C, Umgebungstemp.
540 A1=PI*D1^2/4 ! m2, Tiegeloberfläche
550 A2=PI*L1*D2 ! m2, innere Oberfläche Quarzrohr
560 A3i=PI*D2^2/4 ! m2, innere Oberfläche Deckel
570 A3a=PI*D3^2/4 ! m2, äussere Oberfläche Deckel
580 R=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi12
590 H=L1/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi12
600 Fi12=.5*(1-R^2-H^2+((1+R^2+H^2)^2-4*R^2)^.5) ! Einstrahlzahl
610 Fi21=Fi12*A1/A2 ! Einstrahlzahl
620 M=L1/D2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi22
630 Fi22=(1+M)-(1+M^2)^.5 ! Einstrahlzahl
640 K1=(D1/2)/L1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13

```

```

650 K2=(D2/2)/L1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13
660 X=1+(1+K2^2)/K1^2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi13
670 Fi13=.5*(X-(X^2-4*(K2/K1)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
680 Fi31=Fi13*A1/A3i ! Einstrahlzahl
690 H1=L1/D2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi32
700 Fi32=2*H1*((1+H1^2)^.5-H1) ! Einstrahlzahl
710 Fi23=Fi32*A3i/A2 ! Einstrahlzahl
720 !
730 !
740 FOR A=.25 TO .5 STEP .05
750 PRINT TAB(15), "korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas A :";A
760 PRINT TAB(15), "-----"
770 PRINT
780 PRINT USING 1220
790 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
800 G23=A2*Fi23*Eps2*Cs*((T2m+273)/100)^4 ! W, Emittierte Leistung Segment
2-Deckel
810 G21=A2*Fi21*Eps2*Cs*((T2m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Segment
2-Tiegel
820 FOR T2=T2u TO T2o STEP Step2
830 E3=Eps3*Cs*((T2+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Deckel
840 Qa=A*(1-R3)*A3i*(Fi31*E1+Fi31*R1*G21/A1+G23/A3i+R1*Fi13*Fi31*(E3+R3*Fi31*E1
+R1*R3*Fi31*G21/A1+R3*G23/A3i)/(1-R1*R3*Fi31*Fi13))
850 Tstas=.5*(T1+T2) ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
860 Betaas=1/(273+Tstas) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Arsendampf
870 S=D2/2 ! m, charakteristische Länge
880 Gras=G*Betaas*(T1-T2)*S^4/(Nueas^2*L1) ! Gr-Zahl Arsendampf
890 Nuas=.52*(Gras*Pras)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
900 Alfaas=Nuas*Lamas/S ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Rezipient
910 Qlk=Alfaas*A3i*(T1-T2)
920 Qsi=Eps3*Cs*A3i*((T2+273)/100)^4
930 T3=T2
940 T31=T3
950 Tstl=.5*(T3+Tu) ! C, Stoffbezugstemp. Umgebungsluft
960 Betal=1/(273+Tu) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Umgebungsluft
970 L=D3/4 ! m, charakteristische Länge
980 Grl=G*L^3*Betal*(T3-Tu)/Nuel^2 ! Gr-Zahl Umgebungsluft
990 F2=(1+(.322/Pr1)^(11/20))^(20/11) ! Berechnungsbeiwert zur Nu-Zahl
1000 Nul=.15*(Grl*Pr1*F2)^(1/3) ! Nu-Zahl Umgebungsluft
1010 Alfau=Nul*Laml/L ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Umgebungs-
luft
1020 K=1/(Sq/Lamq+1/Alfau) ! W/m2K, Wärmedurchgangskoeff.
1030 Qd=K*A3a*(T2-Tu)
1040 Dt=(Qd*Sq)/(Lamq*A3a)
1050 T3=T2-Dt
1060 IF ABS(T31-T3)<=.1 THEN 1080
1070 GOTO 940
1080 Qsa=Eps3*Cs*A3a*((T3+273)/100)^4
1090 Q1=Qa+Qlk
1100 Q2=Qsi+Qsa+Qd
1110 Qv=(1-A)*Qa/A+Qsa+Qd
1120 IF Dat=1 THEN 1140
1130 GOTO 1150
1140 PRINT USING 1210;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qlk,Qsi,Qsa,Qd
1150 IF ABS(Q1-Q2)<Dq THEN PRINT USING 1210;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qlk,Qsi,Qsa,
Qd
1160 NEXT T2
1170 PRINT
1180 NEXT A
1190 PRINT
1200 PRINT
1210 IMAGE 2(4D.D),4(5D.D),(4D.D),(5D.D),(4D.D),(5D.D),(4D.D)
1220 IMAGE 2X,"T2",4X,"T3",5X,"Q1",5X,"Q2",4X,"Q1-Q2",3X,"Qv",4X,"Qa",5X,"Qlk",3
X,"Qsi",4X,"Qsa",3X,"Qd"
1230 END

```

```

10 ! Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur,Segment 4
20 ! 20.9.91, "HWC4"-4.1
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT "Wärmebilanz HWC4"
70 PRINT "-----"
80 INPUT "Untere Temperaturgrenze - C ???",T2u
90 PRINT "Untere Temperaturgrenze T2u - C :",T2u
100 INPUT "Obere Temperaturgrenze - C ???",T2o
110 PRINT "Obere Temperaturgrenze T2o - C :",T2o
120 INPUT "Temperaturintervall - C ???",Step2
130 PRINT "Temperaturintervall Step2 - C :",Step2
140 INPUT "Alle Daten : 1 --- Endwert : 2",Dat
150 IF Dat=2 THEN 170
160 GOTO 190
170 INPUT "Mindestwert für Dq - W ???",Dq
180 PRINT "Mindestwert für Dq-Q1-Q2 - W :",Dq
190 !
200 INPUT "PRINTER : 9 --- Bildschirm : 1",Dr
210 IF (Dr=9) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Drucker"
220 IF (Dr=1) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Bildschirm"
230 IF (Dr=1) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Bildschirm"
240 IF (Dr=9) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Drucker"
250 PRINTER IS Dr
260 INPUT "Korrektur erforderlich ? JA : 1 --- NEIN : 0",Kor
270 IF Kor=1 THEN 50
280 PRINT
290 !
300 !
310 Eps1=.64 ! Emissionskoeff. Tiegel
320 Eps4=.96 ! Emissionskoeff. Quarzglasrohr-Segment 4
330 Eps5=.97 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Deckel
340 R1=1-Eps1 ! Reflektionskoeff. Tiegel
350 R4=.035 ! Reflektionskoeff. Quarzglasrohr
360 R5=R4 ! Reflektionskoeff. Quarzglas-Deckel
370 D1=.115 ! m, äusserer Durchmesser Tiegel
380 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglasrohr
390 D3=.130 ! m, äusserer Durchmesser Quarzglasrohr
400 L2=.26 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 4
410 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
420 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
430 Lamas=.0524 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
440 Nueas=4.7E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Arsendampf
450 Pras=1.16 ! Pr-Zahl Arsendampf
460 Lamq=1.6 ! W/mK, Wärmeleitf. Quarzglas
470 Lam1=3.3E-2 ! W/mK, Wärmeleitf. Luft
480 Nuel=2.6E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Luft
490 Pr1=.705 ! Pr-Zahl Luft
500 T1=1300 ! C, Tiegeltemp.
510 T5m=158 ! C, mittl. Temp. Quarzglasrohr-Segment 5
520 Tu=25 ! C, Umgebungstemp.
530 A1=PI*D1^2/4 ! m2, Tiegeloberfläche
540 A4i=PI*L2*D2 ! m2, innere Oberfläche Quarzglasrohr
550 A4a=PI*L2*D3 ! m2, äussere Oberfläche Quarzglasrohr
560 Ad=PI*D2^2/4 ! m2, innere Oberfläche Deckel
570 R=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi14
580 H=L2/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi14
590 Fi14=.5*(1-R^2-H^2+((1+R^2+H^2)^2-4*R^2)^.5) ! Einstrahlzahl
600 Fi41=Fi14*A1/A4i ! Einstrahlzahl
610 M=L2/D2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi44
620 Fi44=(1+M)-(1+M^2)^.5 ! Einstrahlzahl
630 K1=(D1/2)/L2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi15
640 K2=(D2/2)/L2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi15

```

```

650 X=1+(1+K2^2)/K1^2      ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi15
660 Fi15=.5*(X-(X^2-4*(K2/K1)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
670 Fi51=Fi15*A1/Ad        ! Einstrahlzahl
680 H1=L2/D2              ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi54
690 Fi54=2*H1*((1+H1^2)^.5-H1) ! Einstrahlzahl
700 Fi45=Fi54*Ad/A4i      ! Einstrahlzahl
710 !
720 !
730 FOR A=.25 TO .5 STEP .05
740 PRINT TAB(15),"korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas A :";A
750 PRINT TAB(15),"-----"
760 PRINT
770 PRINT USING 1220
780 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
790 C51=Ad*Fi51*Eps5*Cs*((T5m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Deckel-
Tiegel
800 C54=Ad*Fi54*Eps5*Cs*((T5m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Deckel-
Segment 4
810 FOR T2=T2u TO T2o STEP Step2
820 E4=Eps4*Cs*((T2+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Quarzglas
830 Qa=A*(1-R4)*A4i*(Fi41*E1+R1*Fi41*C51/Al+C54/A4i+(R1*Fi14*Fi41+Fi44)*(E4+R4*
Fi41*E1+R1*R4*Fi41*C51/Al+R4*C54/A4i)/(1-R1*R4*Fi14*Fi41-R4*Fi44))
840 GOTO 920
850 Tstas=.5*(T1+T2)      ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
860 Betaas=1/(273+Tstas) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Arsendampf
870 S=D2/2                ! m, charakteristische Länge
880 Gras=G*Betaas*(T1-T2)*S^4/(Nueas^2*L1) ! Gr-Zahl Arsendampf
890 Nuas=.52*(Gras*Pras)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
900 Alfaas=Nuas*Lamas/S    ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Rezipient
910 Qlk=Alfaas*A2*(T1-T2)
920 Qsi=Eps4*Cs*A4i*((T2+273)/100)^4
930 T3=T2
940 T31=T3
950 Tstl=.5*(T3+Tu)      ! C, Stoffbezugstemp. Umgebungsluft
960 Betal=1/(273+Tu)    ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Umgebungsluft
970 Grl=G*L2^3*Betal*(T3-Tu)/Nuel^2 ! Gr-Zahl Umgebungsluft
980 Fl=(1+(.492/Pr1)^(9/16))^(16/9) ! Berechnungsbeiwert zur Nu-Zahl
990 Nup=(.825+.387*(Gr1*Pr1*Fl)^(1/6))^2 ! Nu-Zahl Luft für Platte
1000 Nul=Nup*(.97*L2/D3) ! Nu-Zahl Luft Zylinder
1010 Alfau=Nul*Laml/L2   ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Umgeb
ungsluft
1020 K=1/(D3*LOG(D3/D2)/(2*Lamq)+1/Alfau) ! W/m2K, Wärmedurchgangskoeff.
1030 Qd=K*A4a*(T2-Tu)
1040 Dt=Qd*LOG(D3/D2)/(2*PI*L2*Lamq)
1050 T3=T2-Dt
1060 IF ABS(T31-T3)<=.1 THEN 1080
1070 GOTO 940
1080 Qsa=Eps4*Cs*A4i*((T3+273)/100)^4
1090 Q1=Qa
1100 Q2=Qsi+Qsa+Qd
1110 Qv=(1-A)*Qa/A+Qsa+Qd
1120 IF Dat=1 THEN 1140
1130 GOTO 1150
1140 PRINT USING 1210;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qsi,Qsa,Qd
1150 IF ABS(Q1-Q2)<Dq THEN PRINT USING 1210;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qsi,Qsa,Qd
1160 NEXT T2
1170 PRINT
1180 NEXT A
1190 PRINT
1200 PRINT
1210 IMAGE 4(5D.D),X,6(5D.D)
1220 IMAGE 3X,"T2",5X,"T3",5X,"Q1",5X,"Q2",4X,"Q1-Q2",4X,"Qv",5X,"Qa",5X,"Qsi",4
X,"Qsa",4X,"Qd"
1230 END

```

```

10 ! Wärmebilanz der HWC-Quarzglasapparatur,Segment 5
20 ! 20.9.91, "HWC5"
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT "Wärmebilanz HWC5"
70 PRINT "-----"
80 INPUT "Untere Temperaturgrenze - C ???",T2u
90 PRINT "Untere Temperaturgrenze T2u - C :",T2u
100 INPUT "Obere Temperaturgrenze - C ???",T2o
110 PRINT "Obere Temperaturgrenze T2o - C :",T2o
120 INPUT "Temperaturintervall - C ???",Step2
130 PRINT "Temperaturintervall Step2 - C :",Step2
140 INPUT "Alle Daten : 1 --- Endwert : 2",Dat
150 IF Dat=2 THEN 170
160 GOTO 190
170 INPUT "Mindestwert für Dq - W ???",Dq
180 PRINT "Mindestwert für Dq-Q1-Q2 - W :",Dq
190 !
200 INPUT "PRINTER : 9 --- Bildschirm : 1",Dr
210 IF (Dr=9) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Drucker"
220 IF (Dr=1) AND (Dat=1) THEN PRINT "Alle Daten ausdrucken : Bildschirm"
230 IF (Dr=1) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Bildschirm"
240 IF (Dr=9) AND (Dat=2) THEN PRINT "Nur Endwert ausdrucken : Drucker"
250 PRINTER IS Dr
260 INPUT "Korrektur erforderlich ? JA : 1 --- NEIN : 0",Kor
270 IF Kor=1 THEN 50
280 PRINT
290 !
300 !
310 Eps1=.64 ! Emissionskoeff. Tiegel
320 Eps4=.96 ! Emissionskoeff. Quarzglasrohr-Segment 4
330 Eps5=.97 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Deckel
340 R1=1-Eps1 ! Reflektionskoeff. GaAs
350 R4=.035 ! Reflektionskoeff. Quarzglasrohr
360 R5=R4 ! Reflektionskoeff. Quarzglas-Deckel
370 D1=.115 ! m, äußerer Durchmesser Tiegel
380 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglasrohr
390 D3=.130 ! m, äußerer Durchmesser Quarzglasrohr
400 Sq=2.5E-3 ! m, Wanddicke Quarzglas
410 L2=.26 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 4
420 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
430 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
440 Lamas=.0524 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
450 Nueas=4.7E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Arsendampf
460 Pras=1.16 ! Pr-Zahl Arsendampf
470 Lamq=1.6 ! W/mK, Wärmeleitf. Quarzglas
480 Lam1=3.2E-2 ! W/mK, Wärmeleitf. Luft
490 Nue1=2.4E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit Luft
500 Pr1=.705 ! Pr-Zahl Luft
510 T1=1300 ! C, Tiegeltemp.
520 T4m=235 ! C, mittl. Temp. Quarzglasrohr-Segment 4
530 Tu=25 ! C, Umgebungstemp.
540 A1=PI*D1^2/4 ! m2, Tiegeloberfläche
550 A4i=PI*L2*D2 ! m2, innere Oberfläche Quarzrohr
560 A5i=PI*D2^2/4 ! m2, innere Oberfläche Deckel
570 A5a=PI*D3^2/4 ! m2, äußere Oberfläche Deckel
580 R=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fil4
590 H=L2/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fil4
600 Fil4=.5*(1-R^2-H^2+((1+R^2+H^2)^2-4*R^2)^.5) ! Einstrahlzahl
610 Fi41=Fil4*A1/A4i ! Einstrahlzahl
620 M=L1/D2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi44
630 Fi44=(1+M)-(1+M^2)^.5 ! Einstrahlzahl
640 K1=(D1/2)/L2 ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fil5

```

```

650 K2=(D2/2)/L2          ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi15
660 X=1+(1+K2^2)/K1^2     ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi15
670 Fi15=.5*(X-(X^2-4*(K2/K1)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
680 Fi51=Fi15*A1/A51      ! Einstrahlzahl
690 H1=L2/D2              ! Berechnungsbeiwert zur Einstrahlzahl Fi54
700 Fi54=2*H1*((1+H1^2)^.5-H1) ! Einstrahlzahl
710 Fi45=Fi54*A51/A41     ! Einstrahlzahl
720 !
730 !
740 FOR A=.25 TO .5 STEP .05
750 PRINT TAB(15),"korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas A :";A
760 PRINT TAB(15),"-----"
770 PRINT
780 PRINT USING 1230
790 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
800 C45=A41*Fi45*Eps4*Cs*((T4m+273)/100)^4 ! W, Emittierte Leistung Segmen
t 4-Deckel
810 C41=A41*Fi41*Eps4*Cs*((T4m+273)/100)^4 ! W, emittierte Leistung Segmen
t4-Tiegel
820 FOR T2=T2u TO T2o STEP Step2
830 E5=Eps5*Cs*((T2+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Deckel
840 Qa=A*(1-R5)*A51*(Fi51*E1+Fi51*R1*C41/A1+C45/A51+R1*Fi15*Fi51*(E5+R5*Fi51*E1
+R1*R5*Fi51*C41/A1+R5*C45/A51)/(1-R1*R5*Fi51*Fi15))
850 GOTO 930
860 Tstas=.5*(T1+T2)      ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
870 Betaas=1/(273+Tstas) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Arsendampf
880 S=D2/2                ! m, charakteristische Länge
890 Gras=G*Betaas*(T1-T2)*S^4/(Nueas^2*L1) ! Gr-Zahl Arsendampf
900 Nuas=.52*(Gras*Pras)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
910 Alfaas=Nuas*Lamas/S    ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Rezipient
920 Qlk=Alfaas*A31*(T1-T2)
930 Qsi=Eps5*Cs*A51*((T2+273)/100)^4
940 T3=T2
950 T31=T3
960 Tstl=.5*(T3+Tu)       ! C, Stoffbezugstemp. Umgebungsluft
970 Betal=1/(273+Tu)     ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Umgebungsluft
980 L=D3/4               ! m, charakteristische Länge
990 Grl=G*L^3*Betal*(T3-Tu)/Nuel^2 ! Gr-Zahl Umgebungsluft
1000 Fl=(1+(.492/Pr1)^(9/16))^(16/9) ! Berechnungsbeiwert zur Nu-Zahl
1010 Nul=.6*(Gr1*Pr1*Fl)^(1/5) ! Nu-Zahl Umgebungsluft
1020 Alfau=Nul*Laml/L    ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Umgebungs-
luft
1030 K=1/(Sq/Lamq+1/Alfau) ! W/m2K, Wärmedurchgangskoeff.
1040 Qd=K*A5a*(T2-Tu)
1050 Dt=(Qd*Sq)/(Lamq*A5a)
1060 T3=T2-Dt
1070 IF ABS(T31-T3)<=.1 THEN 1090
1080 GOTO 950
1090 Qsa=Eps5*Cs*A5a*((T3+273)/100)^4
1100 Q1=Qa
1110 Q2=Qsi+Qsa+Qd
1120 Qv=(1-A)*Qa/A+Qsa+Qd
1130 IF Dat=1 THEN 1150
1140 GOTO 1160
1150 PRINT USING 1220;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qsi,Qsa,Qd
1160 IF ABS(Q1-Q2)<Dq THEN PRINT USING 1220;T2,T3,Q1,Q2,Q1-Q2,Qv,Qa,Qsi,Qsa,Qd
1170 NEXT T2
1180 PRINT
1190 NEXT A
1200 PRINT
1210 PRINT
1220 IMAGE 4(5D.D),X,6(5D.D)
1230 IMAGE 3X,"T2",5X,"T3",5X,"Q1",5X,"Q2",4X,"Q1-Q2",4X,"Qv",5X,"Qa",5X,"Qsi",4
X,"Qsa",4X,"Qd"
1240 END

```

```

10 ! Heizleistung des GaAs-Tiegels der HWC-Quarzglasapparatur
20 ! 24.9.91, "H-T"
30 OPTION BASE 1
40 !
50 PRINTER IS 9
60 PRINT TAB(20),"Heizleistung-Tiegel HWC-Quarzapparatur"
70 PRINT TAB(20),"-----"
80 !
90 !
100 Epst1=.64 ! Emissionskoeff. Tiegel
110 Epst2=.36 ! Emissionskoeff. GaAs
120 Epst3=Epst1 ! Emissionskoeff. Tiegel
130 Eps1=.5 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Segment 1
140 Eps2=.85 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Segment 2
150 Eps3=.88 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Segment 3
160 Eps4=.96 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Segment 4
170 Eps5=.97 ! Emissionskoeff. Quarzglas-Segment 5
180 Rtl1=1-Epst1 ! Reflektionskoeff. Tiegel
190 Rt2=1-Epst2 ! Reflektionskoeff. GaAs
200 Rt3=Rtl1 ! Reflektionskoeff. Tiegel
210 Tt=1300 ! Tiegeltemp.
220 Cs=5.67 ! W/m2K4, Strahlungszahl
230 G=9.81 ! m/s2, Erdbeschleunigung
240 Lamas1=.056 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
250 Lamas2=.052 ! W/mK, Wärmeleitf. Arsendampf
260 Nueas2=4.7E-5 ! m2/s, kinemat. Zähigkeit
270 Pras2=1.16 ! Pr-Zahl Arsendampf
280 D1=.115 ! m, äusserer Durchmesser Tiegel
290 D2=.125 ! m, innerer Durchmesser Quarzglasrohr
300 D3=.130 ! m, äusserer Durchmesser Quarzglasrohr
310 L1=.11 ! m, Tiegellänge
320 L1=.11 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 1
330 L2=.2 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 2
340 L3=.26 ! m, Länge Quarzglasrohr-Segment 4
350 At1=PI*D1*L1 ! m2, seitliche Tiegeloberfläche
360 At2=PI*D1^2/4 ! m2, obere Tiegeloberfläche
370 At3=At2 ! m2, untere Tiegeloberfläche
380 A1=PI*D2*L1 ! m2, Oberfläche Segment 1
390 A2=PI*D2*L2 ! m2, Oberfläche Segment 2
400 A3=PI*D2^2/4 ! m2, Oberfläche Segment 3
410 A4=PI*D2*L3 ! m2, Oberfläche Segment 4
420 A5=A3 ! m2, Oberfläche Segment 5
430 Fit11=1 ! Einstrahlzahl
440 Filt1=Fit11*At1/A1 ! Einstrahlzahl
450 R=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Fit22
460 H=L2/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Fit22
470 Fit22=.5*(1-R^2-H^2+((1+R^2+H^2)^2-4*R^2)^.5) ! Einstrahlzahl
480 Fi2t2=Fit22*At2/A2 ! Einstrahlzahl
490 K1=(D1/2)/L2 ! Berechnungsbeiwert zur Fit23
500 K2=(D2/2)/L2 ! Berechnungsbeiwert zur Fit23
510 X=1+(1+K2^2)/K1^2 ! Berechnungsbeiwert zur Fit23
520 Fit23=.5*(X-(X^2-4*(K2/K1)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
530 Fi3t2=Fit23*At2/A3 ! Einstrahlzahl
540 R1=D2/D1 ! Berechnungsbeiwert zur Fit34
550 H1=L3/(D1/2) ! Berechnungsbeiwert zur Fit34
560 Fit34=.5*(1-R1^2-H1^2+((1+R1^2+H1^2)^2-4*R1^2)^.5) ! Einstrahlzahl
570 Fi4t3=Fit34*At3/A4 ! Einstrahlzahl
580 K3=(D1/2)/L3 ! Berechnungsbeiwert zur Fit35
590 K4=(D2/2)/L3 ! Berechnungsbeiwert zur Fit35
600 X1=1+(1+K4^2)/K3^2 ! Berechnungsbeiwert zur Fit35
610 Fit35=.5*(X1-(X1^2-4*(K4/K3)^2)^.5) ! Einstrahlzahl
620 Fi5t3=Fit35*At3/A5 ! Einstrahlzahl
630 !
640 !

```

```

650 PRINT USING 1630
660 FOR D=1 TO 8 STEP 1
670 IF D=1 THEN 690
680 GOTO 750
690 A=.25 ! korrig. Absorptionsbeiwert Quarzglas
700 T1=697 ! C, Temp. Segment 1
710 T2=327 ! C, Temp. Segment 2
720 T3=312 ! C, Temp. Segment 3
730 T4=181 ! C, Temp. Segment 4
740 T5=120 ! C, Temp. Segment 5
750 IF D=2 THEN 770
760 GOTO 830
770 A=.3
780 T1=741
790 T2=337
800 T3=320
810 T4=205
820 T5=137
830 IF D=3 THEN 850
840 GOTO 910
850 A=.35
860 T1=781
870 T2=347
880 T3=327
890 T4=227
900 T5=153
910 IF D=4 THEN 930
920 GOTO 990
930 A=.4
940 T1=818
950 T2=357.5
960 T3=333
970 T4=247.5
980 T5=168
990 IF D=5 THEN 1010
1000 GOTO 1070
1010 A=.45
1020 T1=852
1030 T2=367.5
1040 T3=340
1050 T4=267
1060 T5=181
1070 IF D=6 THEN 1090
1080 GOTO 1150
1090 A=.5
1100 T1=884
1110 T2=377.5
1120 T3=346
1130 T4=285
1140 T5=194
1150 IF D=7 THEN 1170
1160 GOTO 1230
1170 A=0.
1180 T1=700
1190 T2=352
1200 T3=T1
1210 T4=653
1220 T5=T4
1230 IF D=8 THEN 1250
1240 GOTO 1310
1250 A=0.
1260 T1=700
1270 T2=T1
1280 T3=T1

```

```

1290 T4=653
1300 T5=T4
1310 !
1320 !
1330 Et1=Epst1*Cs*((Tt+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
1340 Et2=Epst2*Cs*((Tt+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
1350 Et3=Et1 ! W/m2, emittierte Leistung Tiegel
1360 E1=Eps1*Cs*((T1+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Segment-1
1370 E2=Eps2*Cs*((T2+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Segment-2
1380 E3=Eps3*Cs*((T3+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Segment-3
1390 E4=Eps4*Cs*((T4+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Segment-4
1400 E5=Eps5*Cs*((T5+273)/100)^4 ! W/m2, emittierte Leistung Segment-5
1410 Qst1=At1*(Et1+(Rt1-1)*Fit11*E1)
1420 Qst2=At2*(Et2+(Rt2-1)*(Fit22*E2+Fit23*E3))
1430 Qst3=At3*(Et3+(Rt3-1)*(Fit34*E4+Fit35*E5))
1440 Ql1=PI*L1*(Tt-T1)/(LOG(D2/D1)/(2*Lamas1))
1450 Tstas2=.5*(Tt+T2) ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
1460 Betaas2=1/(Tstas2+273) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Ars
endampf
1470 S=D2/2 ! m, charakteristische Länge
1480 Gras2=G*Betaas2*(Tt-T2)*S^4/(Nueas2^2*L2) ! Gr-Zahl Arsendampf
1490 Nuas2=.52*(Gras2*Pras2)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
1500 Alfas2=Nuas2*Lamas2/S ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Arsendampf
1510 Qlk2=Alfas2*A2*(Tt-T2)
1520 Tstas3=.5*(Tt+T3) ! C, Stoffbezugstemp. Arsendampf
1530 Betaas3=1/(Tstas3+273) ! 1/K, räuml. Wärmeausdehnungskoeff. Ars
endampf
1540 Gras3=G*Betaas3*(Tt-T3)*S^4/(Nueas2^2*L2) ! Gr-Zahl Arsendampf
1550 Nuas3=.52*(Gras3*Pras2)^.25 ! Nu-Zahl Arsendampf
1560 Alfas3=Nuas3*Lamas2/S ! W/m2K, Wärmeübergangskoeff. Arsendampf
1570 Qlk3=Alfas3*A3*(Tt-T3)
1580 Qlk=Ql1+Qlk2+Qlk3
1590 Qt=Qst1+Qst2+Qst3+Qlk
1600 PRINT USING 1610;A,T1,T2,T3,T4,T5,Qst1,Qst2,Qst3,Ql1,Qlk2,Qlk3,Qt
1610 IMAGE 2X,(3D.2D),5(5D),3(6D),(5D),2(6D),(7D)
1620 NEXT D
1630 IMAGE 6X,"A",4X,"T1",3X,"T2",3X,"T3",3X,"T4",3X,"T5",2X,"Qst1",2X,"Qst2",2
X,"Qst3",2X,"Ql1",2X,"Qlk2",2X,"Qlk3",3X,"Qt"
1640 END

```


Danksagung

Bei Herrn Prof. Dr. rer. nat. H. Wenzl bedanke ich mich für die Anregung zu dieser Arbeit und für die Möglichkeit, diese im Institut für Festkörperforschung des Forschungszentrums Jülich durchzuführen.

Bei Herrn Prof. Dr.-Ing. P.R. Sahm bedanke ich mich für die Betreuung seitens des Gießerei-Institutes der RWTH Aachen.

Ich bedanke mich bei Herrn Dr. S. Krawczynski für die Möglichkeit, diese Arbeit in Zusammenarbeit mit der Zentralabteilung für Brennelemente- und Bestrahlungstechnologie des Forschungszentrums Jülich durchzuführen und für die hilfreiche Unterstützung.

Mein besonderer Dank gilt den Herren Dipl.-Ing. W. Krug und Dipl.-Ing. J. Seferiadis für die wertvollen theoretischen und praktischen Beiträge, Anregungen und Korrekturen.

Die hervorragende Zusammenarbeit bei der Durchführung des praktischen Teils, sowie die vielen guten Hinweise und häufigen Diskussionen mit Herrn A. Fattah und Herrn Dipl.-Phys. A. Dahlen, hatten für mich einen besonders hohen Wert.

Weiterhin möchte ich mich bedanken bei Herrn Dipl.-Ing. J. Chatzipetros und bei allen Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt im Institut für Festkörperforschung sowie bei Herrn G. d'Orsaneo und bei allen Mitarbeitern der Werkstatt für Glastechnik und der mechanischen Fertigung aus der Zentralabteilung für allgemeine Technologie des Forschungszentrums Jülich.

Die Hinweise und die hilfreiche Unterstützung von Herrn H. Heybutzki und die freundlichen Hilfestellungen von Herrn Dipl.-Ing. H. Brammer und Herrn Dipl.-Ing. W. Krauthausen waren mir bei der Anfertigung dieser Arbeit von besonderer Bedeutung.

Meine besondere Anerkennung gilt Fr. S. Brauner, die trotz der vielfältigen Belastungen diese Arbeit in ansprechender Form anfertigen konnte.

Jül-2621

Mai 1992

ISSN 0366-0885