

*Stumpf*  
Diese Notiz in einem Halber. einbauen

4/82

Mch P, 8. April 1982

Bearb.: B. Freienstein (ZFE FKE 333)

Dr. Föll (B WDH SMS SME)

K. Geim (B WDH SMS SME)

Verteiler

Hr. Dr. Graßmaier, ZFE FKE 33/B WDH SMS SME, Mch P

Hr. Dr. Anzich, ZFE FKE 333, Mch P

Hr. Dr. Falckenberg, ZFE FKE 333, Mch P

Hr. Hoyler, B WDH SMS SME, Mch P

Fr. Bernewitz, B WDH SMS SME, Mch P

N o t i z

über die Verwendung von "Ziehdüsen" beim S-Web-Verfahren

---

Ein wesentlicher Punkt des S-Web-Verfahrens ist das kontinuierliche Abziehen eines Netzes aus einem mit flüssigem Silizium gefüllten Tiegel. Beim Abziehen des Netzes nach oben, wie es beim bisherigen Konzept vorgesehen ist, sind zwei Varianten der Netzzufuhr denkbar.

- 1) Die Netzzufuhr von oben verbunden mit einem Umlenken des Netzes im Tiegel.
- 2) Die Netzzufuhr von unten durch einen Schlitz im Boden des Tiegels.

Zu beiden Varianten wurden in der S-Web-Anlage I Versuche durchgeführt, die im folgenden kurz beschrieben werden.

Zu 1: Bei der ersten Methode wird versucht, ein Carbonfasernetz von einer Vorratstrommel, die oberhalb des Tiegels angebracht ist, über eine in das flüssige Si eingetauchte Umlenkrolle zu führen und nach oben abzuziehen (Abb. 1). Dazu wurden bisher Versuche mit Umlenkrollen aus höchst-reinem Elektrographit (EK 98 der Fa. Ringsdorff) und quarz-

ummantelten Graphitformkörpern unternommen. Umlenkrollen aus Elektrographit führten zu einer SiC-Bildung und damit zu einem "Verbacken" des Netzes mit der Rolle. Dieses "Verbacken" verursachte ein Abreißen des Netzes. Umlenkrollen aus quarzummantelten Graphitformstücken werden in diesen Temperaturbereichen plastisch, was zu einem Eingraben des Netzes und damit ebenfalls zum Abreißen führt.

Eine endgültige Beurteilung der Eignung dieser Methode für das S-Web-Verfahren ist z.Zt. noch nicht möglich; dies kann erst nach weiteren Versuchen mit siliziumresistenteren Graphitsorten erfolgen.

Zu 2: Bei dieser Methode erfolgt die Netzzufuhr durch einen Schlitz im Tiegelboden. Hier besteht die Gefahr des Auslaufens der Siliziumschmelze. Berechnungen ergeben jedoch, daß ein Auslaufen der Schmelze dann verhindert werden kann, wenn die Schlitzunterkante oberhalb des Si-Niveaus liegt. Diese Forderung läßt sich mit "Ziehdüsen" geeigneter Geometrie erfüllen (Abb. 2). Die Zuführung des flüssigen Siliziums zum Ziehschlitz erfolgt über ein System von Kapillarschlitzten.

Die verwendeten Ziehdüsen, die aus hochreinem Elektrographit (EK 98) hergestellt wurden, hatten eine Schlitzabmessung von  $36 \times 1 \text{ mm}^2$ . Der Schlitz lag ca. 20 mm oberhalb des Si-Niveaus und hatte eine Höhe von 4 mm. Mit den unterschiedlichen Lippenhöhen soll, wie in /1,2/ aufgezeigt wurde, eine asymmetrische Beschichtung des Netzes erreicht werden. Die Zuführungskapillaren bestanden aus 1 mm breiten und 1 mm tiefen Nuten, die in die Längs- und Breitseiten der Ziehdüse eingefräst wurden. Die Ziehdüse selbst wurde mittels Graphitschrauben im Tiegel befestigt. Die Netzzufuhr erfolgte von einer Vorratstrommel über eine Umlenk- und Führungsrolle unterhalb des induktiv beheizten Tiegels durch die Ziehdüse; das Netz wurde über eine Zugstange nach oben abgezogen (Abb. 4).

Verwendet wurde ein Carbonfasernetz (Sigratex GS 0182) mit einem Schuß- und Kettfadenabstand von jeweils 5 mm und einer Filamentzahl von 1000, wobei die Kettfäden nach Ganzdreherart ausgeführt sind. Das Netz wurde zunächst durch Abbrennen der Schlichte gereinigt und vor dem Aufschmelzen des Siliziums durch den Schlitz geführt und positioniert.

Die Versuche wurde bei einer Argonatmosphäre von 5 mbar bei ständigem Argonzufluß (Argonzuführung mittels einer Quarzdüse auf die flüssige Si-Oberfläche) durchgeführt. Während des Aufschmelzens stieg das flüssige Si in den Zuführungskapillaren nach oben und erstarrte in der kälteren Zone der Ziehdüse. Beim weiteren Aufheizen füllen sich dann die Kapillarschlitze der Ziehdüse vollständig mit Silizium. Bevor das Silizium den Ziehschlitz erreichte, wurde das Carbonfasernetz nach oben abgezogen, um eine Reaktion mit der Schmelze zu SiC und eine Auflösung der Filamente des Netzes zu vermeiden.

Bei ersten Versuchen lief das flüssige Silizium durch die Berührungsfläche zwischen Ziehdüsenboden und Suszeptor aus dem Tiegel aus. Durch Nachbearbeitung der Berührungsflächen wurde das Problem weitgehend beseitigt.

Ein weiteres Problem entstand durch die Kapillarwirkung der Filamentbündel und der Webart des verwendeten Netzes. Innerhalb der heißen Zone (bis ca. 1 cm unterhalb des Schlitzes) wird das flüssige Silizium durch Kapillarkräfte in den Fasern des Netzes nach unten weitergeleitet und erstarrt im etwas kälteren Bereich. Dabei werden die durch Spannungen zwischen Kett- und Schußfäden (hervorgerufen durch Dreher in den Kettfäden) vorhandenen Verbiegungen der freien Schußfadenenden durch SiC-Bildung (je nach Dreherichtung abwechselnd nach "vorne" oder "hinten") fixiert. Dadurch erfolgt eine gewisse Versprödung des Netzes. Beim Kontakt der abgebogenen Schußfadenenden mit dem Schlitz der Ziehdüse brechen diese ab und dies führt zu einem Einreißen des Netzes und zu einem Verstopfen des Schlitzes.

Daher wurde die Schlitzform abgeändert. Am Schlitzende wurde ein Ausbruch (quadratisch 4,5 x 4,5 mm) herausgearbeitet, der dem abgebogenen Schußfadenende keine Möglichkeit der Berührung und des damit verbundenen Abbrechens bietet (Abb. 2).

Im folgenden werden zwei Versuche beschrieben, bei denen sie eine Ziehdüse mit unterschiedlichen und mit gleichen Lippenhöhen und den oben erwähnten Ausbrüchen verwendet wurden. Vor der Durchführung dieses Versuches wurde das Netz zentrisch zum Schlitz der Ziehdüse so positioniert, daß die Stegenden frei im Ausbruch (ohne Berührung der Wandung) lagen.

Wie bei den vorhergehenden Versuchen wurde das Carbonfasernetz bereits vor der Füllung des Schlitzes mit Silizium nach oben abgezogen. Bei gefülltem Schlitz zeigte sich zunächst nur eine Beschichtung der Netzfäden (zu hohe Schmelztemperatur im Schlitz). Beim langsamen Absenken der Temperatur wurde dann das Ausziehen von Si-Lamellen innerhalb der Netzmaschen beobachtet, die jedoch wegen der zu hohen Temperatur nicht sofort kristallisieren und, bedingt durch die zu großen Maschenweiten ( $5 \times 5 \text{ mm}^2$ ), immer platzen. Erst wenn die Si-Temperatur im Schlitz nur wenig oberhalb des Schmelzpunktes  $T_s$  liegt, wurde der Beginn der kontinuierlichen Kristallisation beobachtet. In diesem Bereich ist eine genaue Kontrolle der Schmelztemperatur erforderlich. In der S-Web-Anlage I könnte dies durch den Einbau einer Zusatzheizung (kleine thermische Trägheit) erreicht werden. Beim weiterer geringfügiger Abkühlung erstarrte das flüssige Si im Schlitz, was zu einer Unterbrechung des Versuches führte. Das im Schlitz erstarrte Silizium wurde dann erneut aufgeschmolzen. Anschließend wurde die Temperatur wieder langsam abgesenkt. Stabile Beschichtung konnte dann jeweils bei Temperaturen der Schmelze im Schlitz knapp oberhalb von  $T_s$  erzeugt werden.

Die beim Versuch mit der asymmetrischen Ziehdüse entstandenen Beschichtungen weisen eine Asymmetrie bezüglich der Graphitnetzebene auf (Abb. 4). Man erkennt eine stärkere Beschichtung auf der zur höheren Lippe der Ziehdüse zugewandten Seite, die durch die Mensikusasymmetrie zu erklären ist. Dies ist eine Bestätigung der in den internen Bericht /1,2/ postulierten Möglichkeit, asymmetrische Beschichtungen durch Kontrolle der Meniskī zu erzeugen.

Bei Verwendung der symmetrischen Ziehdüse ergab sich wie erwartet eine symmetrische Beschichtung (Abb. 5).

Die beschichteten Bereiche weisen Korngrößen im mm-Bereich auf, was durch die relativ langsame Ziehgeschwindigkeit (2,5 cm/min) in Verbindung mit der kontinuierlichen Beschichtung zu erklären ist. Beobachtungen unter dem Mikroskop ergaben eine sehr geringe SiC-Bildung im Bereich zwischen Carbonfäden und Si-Lamelle. Hierbei dürfte die geringe Verweilzeit ( $< 15$  sec) des Netzes im flüssigen Si eine entscheidene Rolle spielen. SiC-Bildung wurde lediglich innerhalb des Carbonfadens zwischen den Filamenten in merklichem Umfang festgestellt.

In weiteren ~~geplanten~~ Versuchen soll zunächst eine Optimierung der Geometrie der Ziehdüse erreicht werden, die dann in Verbindung mit Carbonfasernetzen mit kleineren Maschengrößen ( $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$ ) zu einer stabileren Beschichtung bei höheren Ziehgeschwindigkeiten führen sollten. Weiterhin ist vorgesehen, eine verbesserte Temperaturkontrolle (pyrometrische Messung der Temperatur des Si-Meniskus) in Verbindung mit dem schon erwähnten trägheitslosen Zusatzheizer zu erreichen.

/1/ Föll, H.; Geim, K.; Freienstein, B.:

Notiz über den derzeitigen Erkenntnisstand der S-Web-Technik, 21.10.81

/2/ Falckenberg, R.; Föll, H.:

Notiz über mögliche Vorgehensweisen beim S-Web, 14.12.81

*Freienstein*

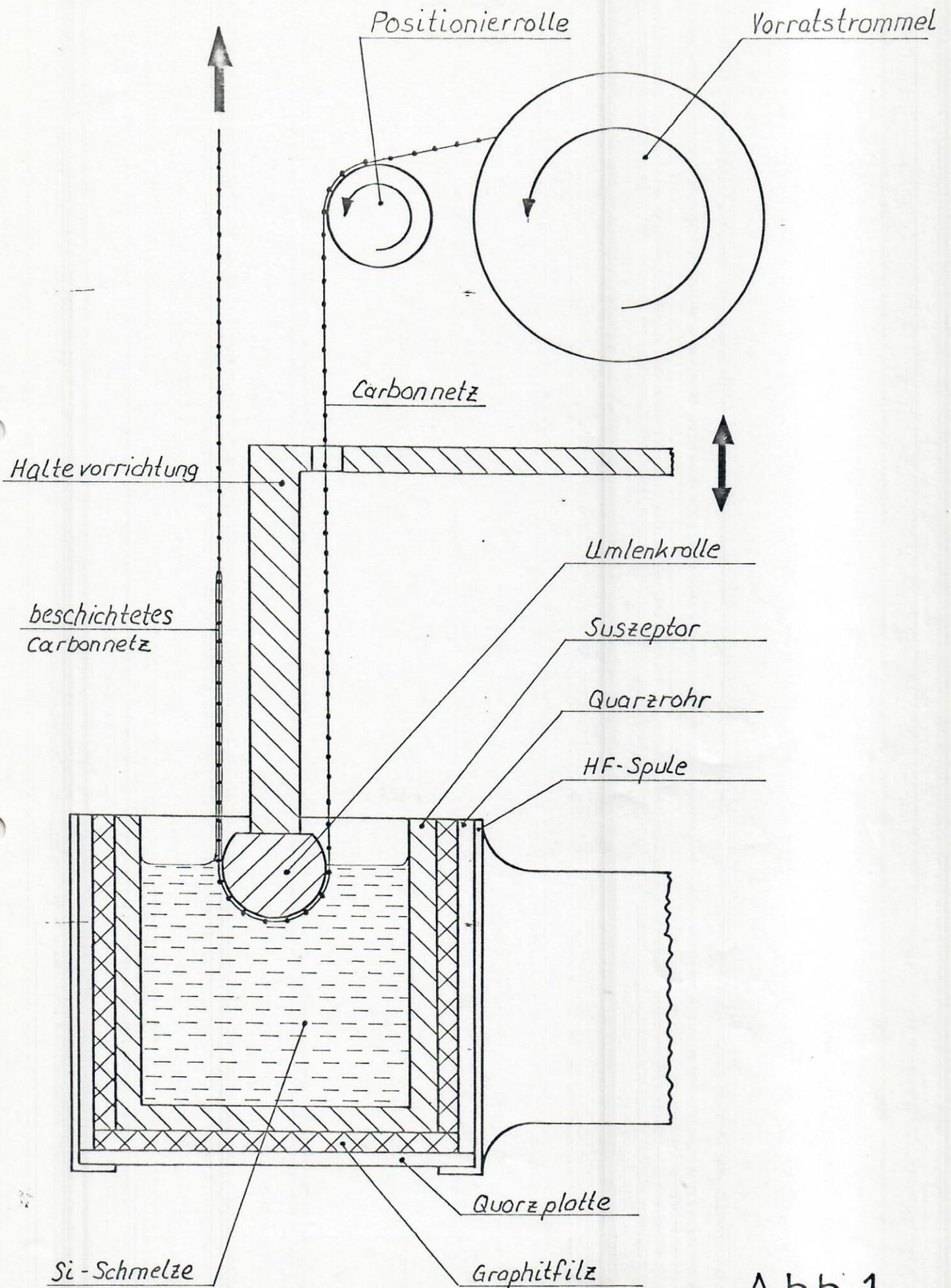
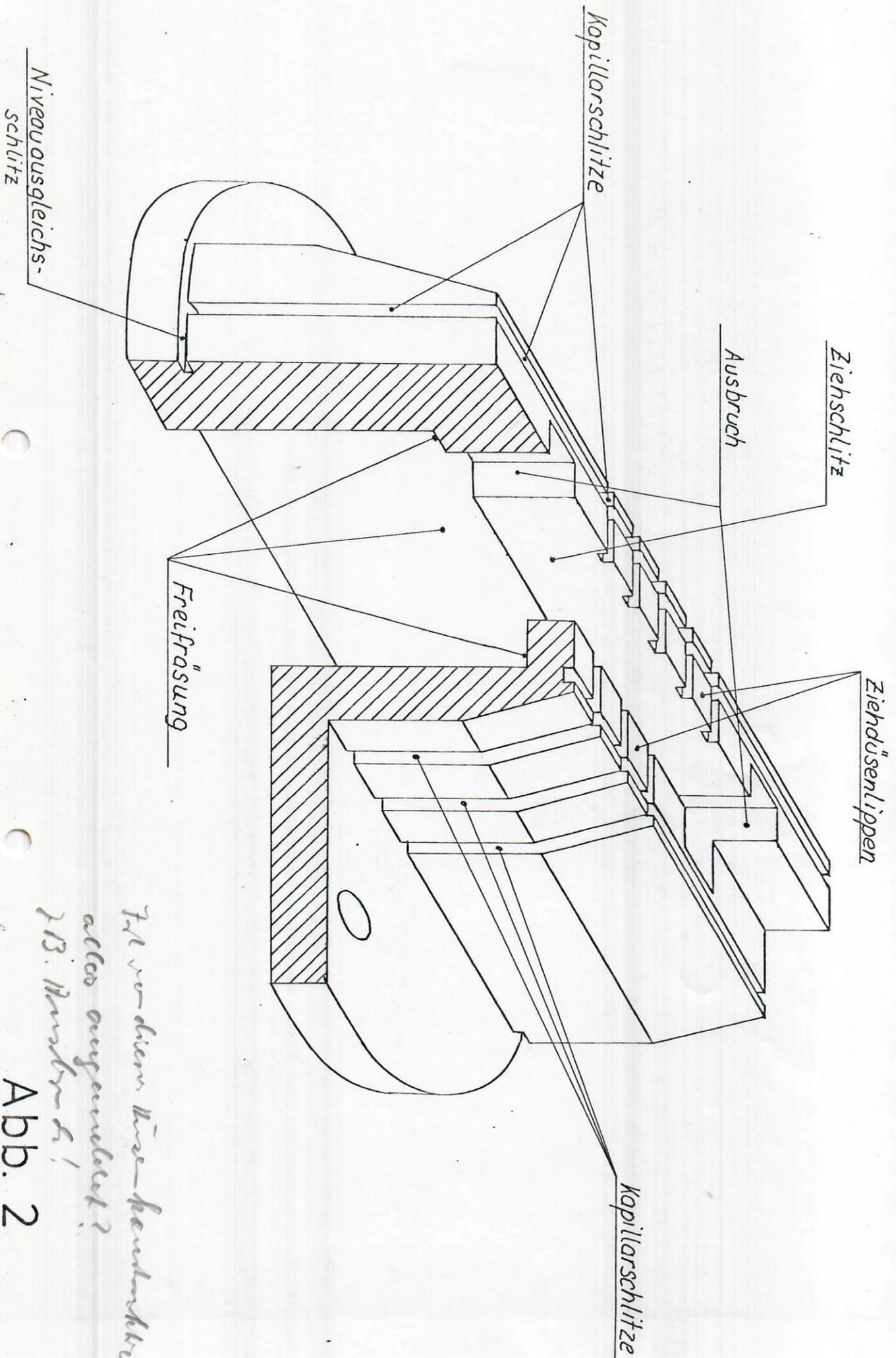


Abb.1



7.1 wo denn diese herkommt  
 alles ausgehend?  
 213. Nummer 2!  
 Abb. 2

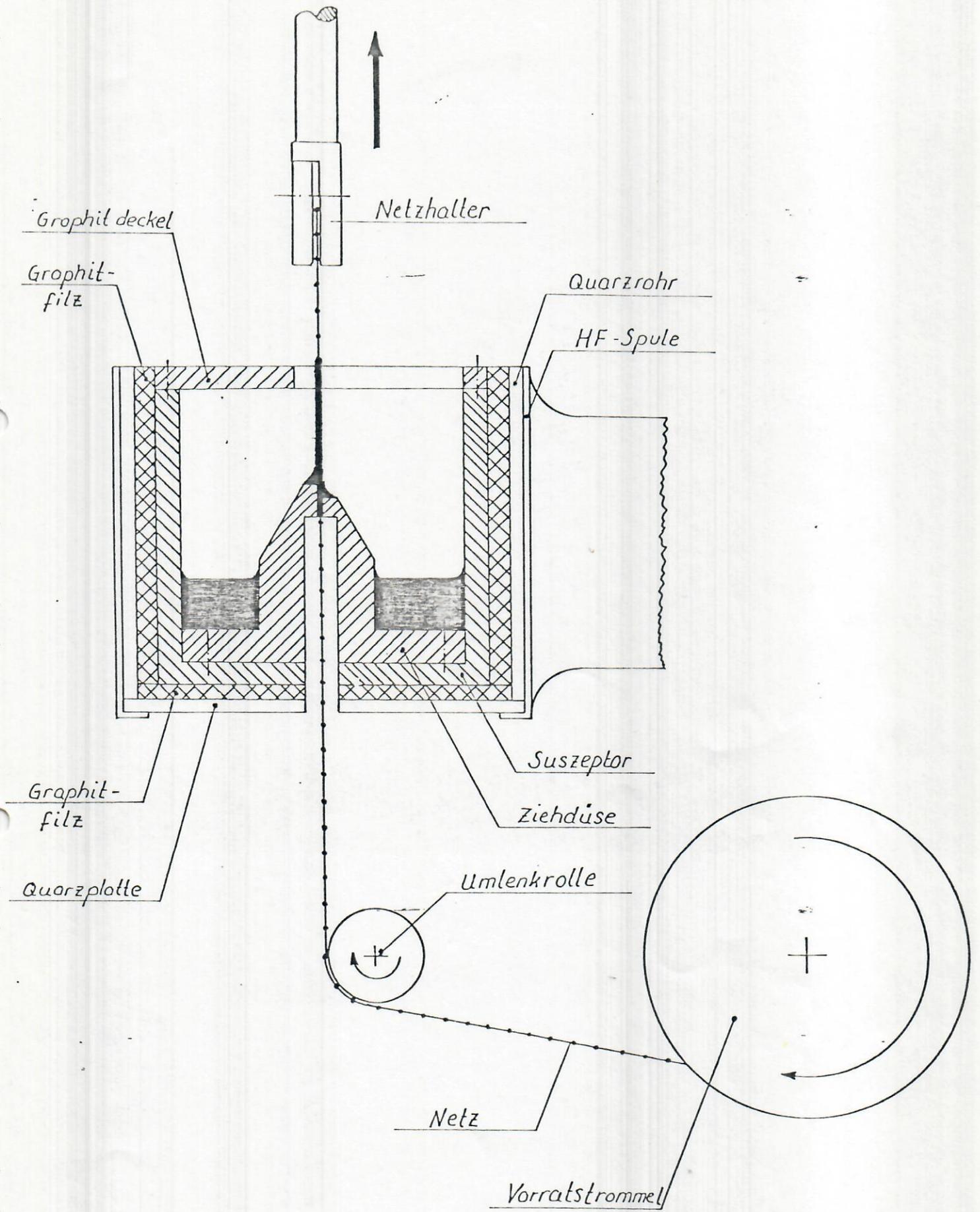
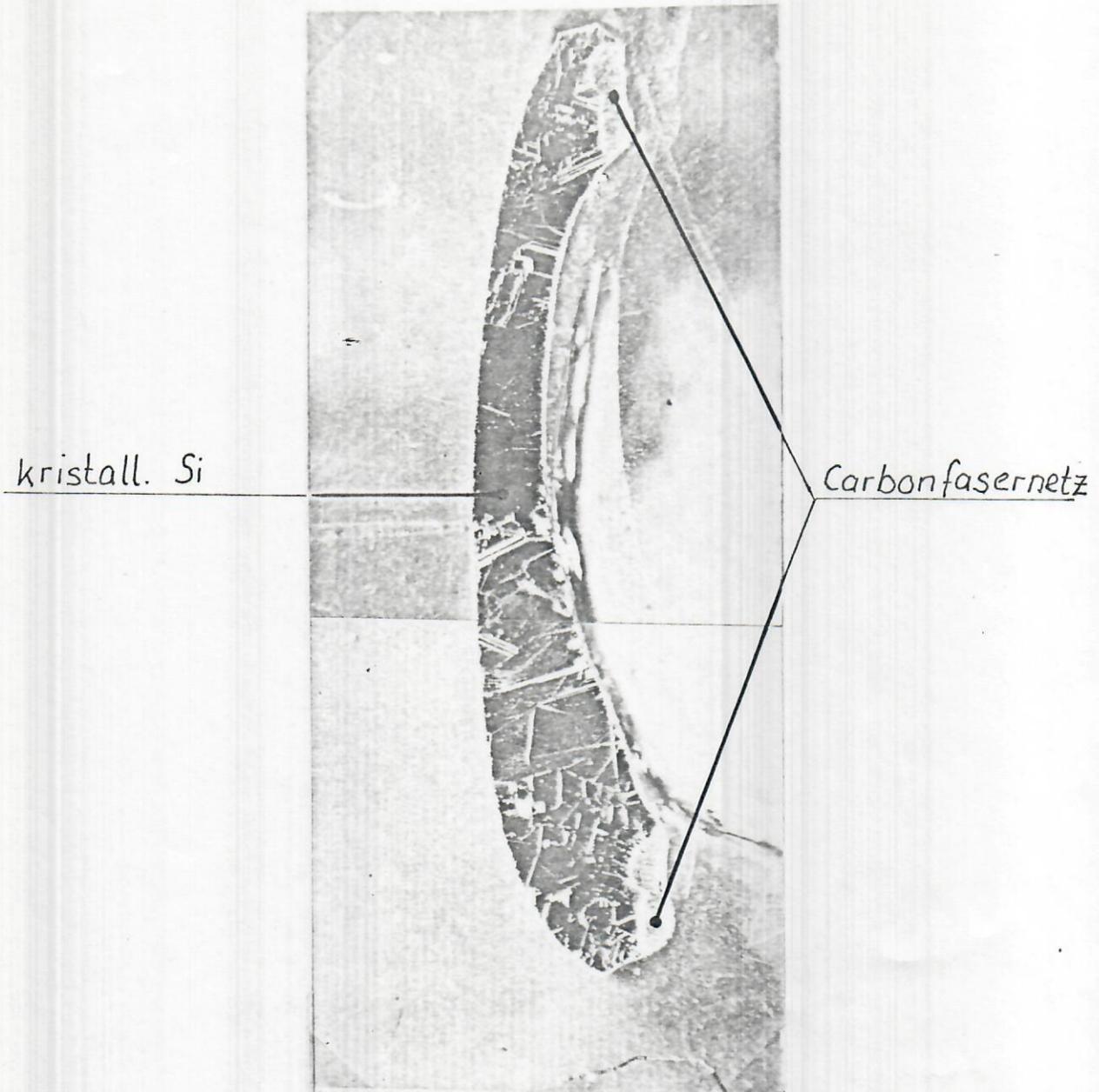


Abb. 3

# asymmetrische Beschichtung



← Hohe Lippe | Niedrige Lippe →

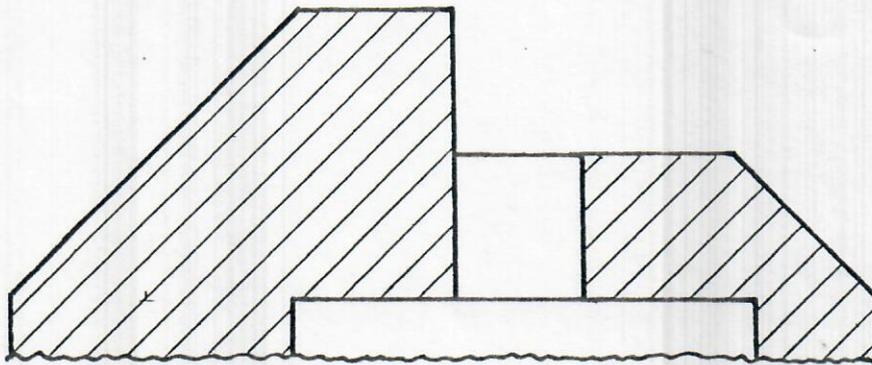
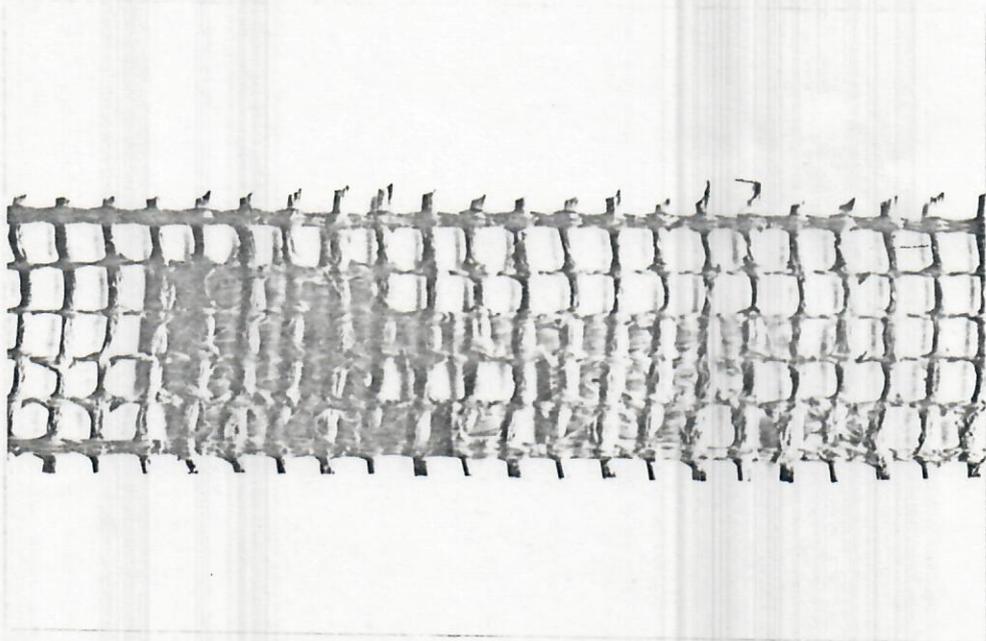


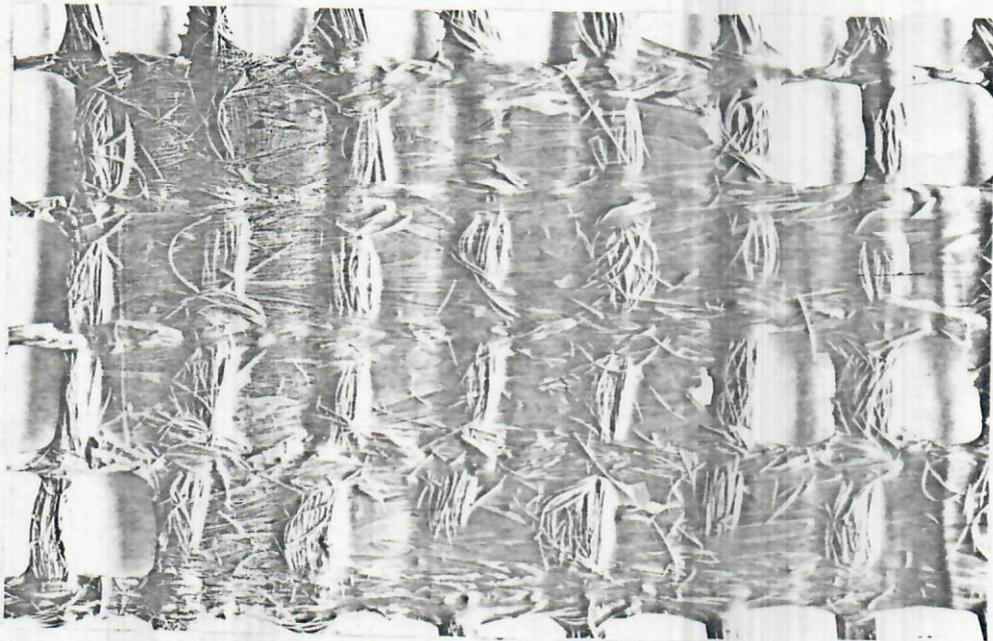
Abb. 4

symmetrische Beschichtung



1 cm

Ziehrichtung →



1 cm