

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

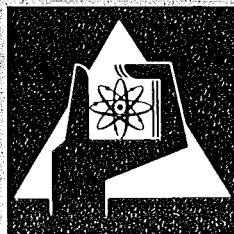
Juli 1975

KFK 2139

Institut für Angewandte Kernphysik

**Herstellung von TiC-Einkristallen**

B. Scheerer, J. Fink, W. Reichardt



**GESELLSCHAFT  
FÜR  
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

**KARLSRUHE**

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 2139

Institut für Angewandte Kernphysik  
Teilinstitut I

HERSTELLUNG VON TiC-EINKRISTALLEN  
B. Scheerer, J. Fink, W. Reichardt



## Inhalt

Abstract/Kurzfassung	Seite	1
I. Einleitung		2
II. Ausgangsmaterial		3
III. Apparatur und Ziehversuche		4
IV. Analyse der Kristalle		6
V. Bearbeitung der gezonten Stäbe		8
VI. Zusammenfassung		9
Literaturhinweise		10
Tabellen		11
Abbildungen		13

## ABSTRACT

### Preparation of TiC Single Crystals

TiC single crystals were prepared by vertical zone melting for measurements of the phonon dispersion by inelastic neutron scattering. The influence of the starting material and of the growing conditions on the growth of the crystal were studied. The crystals were characterized by chemical methods, EMX and neutron diffraction. It was possible to grow single crystals with a volume of up to  $0.6 \text{ cm}^3$  and mosaic spread of less than  $0.4^\circ$ .

## KURZFASSUNG

### Herstellung von TiC-Einkristallen

Für Messungen der Phononendispersion an TiC mit unelastischer Neutronenstreuung wurden Einkristalle durch tiegelfreies Zonenziehen hergestellt. In einer Reihe von Versuchen wurde der Einfluß des Ausgangsmaterials und der Ziehbedingungen auf das Kristallwachstum untersucht. Die Kristalle wurden durch chemische Methoden, Mikrosondenuntersuchungen und Neutronendiffraktion charakterisiert. Es ergaben sich Einkristalle mit einem Volumen bis zu  $0,6 \text{ cm}^3$  und einer Mosaikbreite kleiner als  $0,4^\circ$ .

## I. Einleitung

Die Monokarbide und -nitride der Übergangsmetalle mit NaCl-Struktur gewinnen mehr und mehr Interesse wegen ihrer herausragenden physikalischen Eigenschaften wie extreme Härte und sehr hohe Schmelztemperaturen. Viele Vertreter dieser Gruppe sind gute Supraleiter mit Sprungpunkten bis zu 18 °K. Die mechanischen und supraleitenden Eigenschaften hängen stark von der chemischen Zusammensetzung ab. Einen wesentlichen Beitrag zum Verständnis der mikroskopischen Eigenschaften dieser Stoffe bringt die Bestimmung der Phononendispersion durch unelastische Neutronenstreuung. Erste derartige Messungen an TaC, HfC, NbC und UC [1,2] liegen vor. Solche Untersuchungen erfordern Einkristalle der Größenordnung 1 cm<sup>3</sup>. Will man die Gitterdynamik dieser Karbide und Nitride systematisch untersuchen, ist man gezwungen, ein eigenes Programm zur Herstellung von Einkristallen zu beginnen, da solche Kristalle zur Zeit noch nicht auf dem Markt erhältlich sind.

Für die Herstellung von Einkristallen der Karbide gibt es mehrere Verfahren, die bis jetzt erfolgreich angewandt wurden. Mit der Verneuil-Technik konnte eine Reihe von Karbid-Einkristallen hergestellt werden [3]. Dieses Verfahren hat aber den Nachteil, daß nur kleine Kristalle von etwa 1 mm<sup>3</sup> gezüchtet werden können. Außerdem treten beim Abkühlen Spannungen auf, die zu Sprüngen führen; schließlich ist es schwierig, die Stöchiometrie zu überwachen.

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung von Karbid-Einkristallen ist die "strain-anneal"-Technik, mit der ZrC, TaC, HfC und Ta<sub>2</sub>C Einkristalle der Größenordnung 0,5 cm<sup>3</sup> mit definierter Stöchiometrie hergestellt werden konnten [4,5]. Gute Ergebnisse bei der Herstellung von Karbid-Einkristallen brachte das vertikale Zonenziehverfahren, bei dem die Schmelzzone durch den Stab gezogen wird. Für die Heizung wurde in den meisten Fällen [6-10] Hochfrequenz benutzt. Es gab aber auch Untersuchungen mit einer Plasmaheizung [11]. Diese hatte aber den Nachteil, daß man bei niedrigen Drücken (10 Torr) arbeiten mußte und daher große Verdampfungsraten auftraten. Somit waren Kristalle mit definierter Stöchiometrie schwierig herzustellen.

Die Zucht von Nitrid-Einkristallen ist außerordentlich schwierig. Bis jetzt wurden keine Methoden zur Herstellung von größeren Nitrid-Einkristallen beschrieben.

Unter den besprochenen Methoden ist wohl das Zonenziehen mit HF-Heizung das geeignetste Verfahren zur Herstellung größerer Karbid-Einkristalle. Daher wurde diese Technik von uns angewandt. Von den verschiedenen Karbiden der Übergangsmetalle war TiC für erste Versuche einerseits günstig wegen seines relativ niedrigen Schmelzpunktes ( $3067\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), andererseits als einfachstes System in der Gruppe der Hartstoffe interessant für experimentelle Untersuchungen.

## II. Ausgangsmaterial

Zunächst wurde versucht, die benötigten TiC-Stäbe von etwa 10 mm Durchmesser und mindestens 8 cm Länge selbst herzustellen. TiC-Pulver der Körnung  $2 - 6\text{ }\mu$  wurde unter einem Druck von 5700 atü ohne Bindemittel hydrostatisch gepreßt. Die Versuche schlugen fehl, da der Preßling in mehrere ca. 5 mm lange Stücke zerfiel. Auch das Mischen von TiC-Pulver der Körnung  $2 - 6\text{ }\mu$  und kleiner  $0.25\text{ }\mu$  im Mischungsverhältnis  $9 : 1$  erbrachte ähnlich ungünstige Ergebnisse.

Durch Explosions-Verdichten bei der Arbeitsgruppe für Hochenergieformgebung der Fraunhofer Gesellschaft, Geislingen, war es möglich, TiC-Stäbe mit etwa gewünschten Dimensionen herzustellen. Diese Stäbe waren aber zum Zonenziehen nicht brauchbar. Die Oberfläche zeigte zum Teil tiefe Längs- und Querrisse, die ein gleichmäßiges Ankoppeln des HF-Feldes störten. Innere Spannungen der Stäbe hatten zur Folge, daß sich diese trotz extrem langsamen Aufheizens stark verbogen.

Gute Ziehergebnisse wurden mit heißgepreßten TiC-Stäben, Durchmesser ca. 12,5 mm, Länge ca. 200 mm, der Firma Cerac, Butler, Wisconsin USA, erzielt.

Die Dichte der Stäbe betrug ca. 96 % der theoretischen Dichte. Das C/Ti Verhältnis der Stäbe lag zwischen 0,97 und 0,90. Im Institut für Mate-



rial und Festkörperforschung (IMF) durchgeführte Analysen ergaben für Verunreinigungen die typischen Werte von ca.: N = 0,1 %, O = 0,3 %, H = 0,015 %, Fe = 0,03 %, gesamte metallische Verunreinigungen  $\approx$  0,1 % ( in Gewichts % ).

### III. Apparatur und Ziehversuche

Die Ziehversuche wurden in einer Einkristallziehanlage Typ EKZ 300/100 der Firma Leybold-Heraeus, Hanau, durchgeführt. Der eingebaute HF-Generator der Firma Hüttinger, Freiburg, liefert maximal 40 KW bei einer Frequenz von ca. 250 KHz. Diese Anlage erlaubt Arbeiten unter Schutzgas bis 20 atü. Abb. 1 zeigt die Anordnung im Inneren der Anlage. Der TiC-Stab wurde durch jeweils eine Graphithalterung oben und unten eingespannt. Die obere Graphithalterung war über ein Isolierstück aus Bornitrid (BN) mit der wassergekühlten Ziehwellen verbunden. Zwischen dem unteren BN-Isolierstück und der unteren wassergekühlten Ziehwellen wurde ein Freilauf eingebaut. Beide Ziehwellen sind unabhängig voneinander drehbar, jedoch nicht synchronisierbar. Daher mußte der oben erwähnte Freilauf eingebaut werden. Bei nicht aufgeschmolzener Zone wurde der gesamte Stab durch den oberen Antrieb gedreht. Bei aufgeschmolzener Zone konnte das untere Stabteil gegenläufig gedreht werden. Diese Verfahrensweise bewirkte eine gute Durchmischung der Schmelzzone, eine gleichmäßige Heizung der Oberfläche und ein nahezu zylindrisches Kristall-Wachstum. Außerdem ließ sich kontrollieren, ob der Stab voll durchgeschmolzen war. Beide Ziehwellen konnten separat als auch synchron in vertikaler Richtung bewegt werden. Bei einigen Ziehversuchen wurde der Vorschub der oberen Ziehwellen größer gewählt als der der unteren Ziehwellen. Dadurch konnte der Kristalldurchmesser von 12 mm auf 15,5 mm vergrößert werden.

Um den unteren Teil des TiC-Stabes war ein Graphitnachheizer angebracht, der durch schwache Ankoppelung mit der HF-Spule aufgeheizt wurde. Da der Stab bei allen Ziehversuchen nach unten bewegt wurde, verkleinerte der Graphitnachheizer den Temperaturgradienten im Einkristall und verringerte

hierdurch die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Sprüngen. Die Anordnung wurde bei mehreren Ziehversuchen von Mo-Strahlungsschilden umgeben. Außerdem wurde versucht, innerhalb der Spule einen Strahlungsschild aus Graphitfilz anzubringen, der aber die Ziehbedingungen und die Qualität der Einkristalle nicht verbesserte.

Es wurden systematische Studien zur Bestimmung der optimalen Form der HF-Spule durchgeführt. Abb. 2 zeigt einige Beispiele. Bei Spule 1 entstand sehr leicht eine zu hohe Schmelzzone, die dann abtropfte. Außerdem waren die Sichtverhältnisse auf die Schmelzzone nicht sehr günstig. Dieselben Probleme traten bei Spule 2 auf. Versuche mit Spule 3 scheiterten an zu schlechter Ankoppelung und damit zu kleiner Heizleistung. Spule 4 brachte zufriedenstellende Ergebnisse. Diese wurden noch durch Einlöten eines geschlitzten Innenrings aus Kupfer verbessert (Spule 5). Die Breite des Schlitzes betrug ca. 2 mm. Dadurch wurde von der Spule auf den TiC-Stab rundherum relativ gleichmäßig stark angekoppelt. Bei einem Stabdurchmesser von 12,5 mm betrug der Innendurchmesser der Spule 17 mm.

Um die hohen Abdampfraten von Kohlenstoff und Titan am Schmelzpunkt von TiC zu verringern, wurde bei Drücken zwischen 10 und 20 atü gearbeitet. Als Schutzgas boten sich He, Ar mit 5 Vol. % H<sub>2</sub> und Ar an. Mit He als Schutzgas waren die Abdampfraten für längere Ziehprozesse auch bei 20 atü zu hoch. Ar + 5 % H<sub>2</sub> wurde bei einer Reihe von Ziehversuchen benutzt. Nach Angaben in früheren Arbeiten [8] schien ein Zusatz von Wasserstoff notwendig zu sein, um das Ionisationspotential des reinen Argons zu erhöhen und damit das Risiko von Überschlägen zu verkleinern. Wie chemische Untersuchungen zeigten, hatte das Beimischen von Wasserstoff aber den Nachteil, daß H<sub>2</sub> mit Kohlenstoff bei hohen Temperaturen Kohlenwasserstoffe bildet, die sich an den kalten Wänden niederschlugen, wodurch sich der Kohlenstoffgehalt der TiC-Kristalle verkleinerte. Durch elektrische Isolation des TiC-Stabes mit Hilfe von BN-Zwischenstücken gelang es, auch unter reinem Argon ohne Überschläge zu ziehen.

In den meisten Fällen wurde ein Druck von 10 - 12 atü eingestellt. Bei höheren Drücken war die Schmelzzone durch zu starkes Gasflimmern schlecht

zu beobachten. Die Ziehgeschwindigkeit betrug in der Regel etwa 8 - 15 mm/h. Bei kleineren Ziehgeschwindigkeiten von 5 - 8 mm/h war es schwierig, die Schmelzzone über längere Zeit stabil zu halten, da dünne Nadeln über die Zonenoberfläche zu wachsen anfangen. Diese konnten durch höhere Heizleistung wieder aufgeschmolzen werden, doch wurde hierdurch häufig ein Abtropfen der Schmelze verursacht. Größere Ziehgeschwindigkeiten als etwa 20 mm/h führten zu polykristallinem Material.

Der obere und untere Stab rotierten mit etwa 20 Umdrehungen/min gegenläufig. In der Regel betrug die gezonte Länge 100 - 120 mm. Abb. 3 a zeigt einen TiC-Stab nach dem Ziehprozeß.

#### IV. Analyse der Kristalle

Das Schneiden der gezonten TiC-Stäbe zur Herstellung metallographischer Schriffe erfolgte mit einer Diamantsäge. Anschließendes Schleifen und Polieren wurde mit Diamantpasten der Körnung 15  $\mu\text{m}$ , 7  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$  durchgeführt. Zur Korngrenzenätzung von TiC wurde eine Mischung aus 100 ml  $\text{HNO}_3$  und 7 ml HF verwandt. Die Verwendung einer Mischung von HF und  $\text{HNO}_3$  im Verhältnis 1 : 1 wurde fallengelassen, da bei stärkerer Konzentration die Gefahr bestand, daß feine Risse im Kristall erheblich angegriffen und vergrößert werden.

In Abb. 4a ist der Querschnitt eines gezonten TiC-Stabes gezeigt. Der ein-kristalline Bereich ist von einer 1 - 2 mm dicken polykristallinen Schicht umgeben. Sämtliche Bemühungen zur Verringerung der polykristallinen Rand-schicht, wie Änderung des Stabdurchmessers, Variation von Ziehgeschwindigkeit und Schutzgasdruck, blieben ohne Erfolg.

Die chemischen Analysen ergaben, daß sowohl die Kohlenstoffverluste als auch die Verunreinigungen wesentlich von der Art des verwandten Schutzgases abhängen. Typische Analysenwerte sind in Tab. 1 zusammengestellt. Die günstigsten Ergebnisse wurden bei Verwendung von reinem Argon erzielt. Hier wurden die Verunreinigungen an Sauerstoff und Stickstoff um Faktoren 10 bzw. 3 gegenüber dem Ausgangsmaterial reduziert. Die chemische Analyse des Kohlenstoffgehalts ergab innerhalb der Fehlergrenzen keine Änderungen des Ver-

hältnisses von Kohlenstoff zu Titan durch den Ziehprozeß. Die Unterstöchiometrie der Kristalle war durch das bereits unterstöchiometrische Ausgangsmaterial bedingt. Wie noch beschrieben wird, war es möglich, den Anteil an gelöstem Kohlenstoff im Kristall zu erhöhen, indem man unterstöchiometrischem Ausgangsmaterial freien Kohlenstoff beifügte.

Beim Arbeiten unter Argon-Wasserstoff-Schutzgas dagegen ergaben sich beträchtliche Kohlenstoffverluste. Außerdem zeigte sich eine sehr viel geringere Abnahme der Sauerstoff- und Stickstoffverunreinigungen sowie eine leichte Zunahme an Wasserstoff gegenüber dem Ausgangsmaterial.

Analysen von verschiedenen Querschnitten durch den Stab ergaben, daß sich das Verhältnis C/Ti über eine Ziehlänge von 80 mm um weniger als 0,02 änderte. Auch bei den Verunreinigungen war in achsialer Richtung innerhalb der Fehlergrenzen kein Gradient feststellbar. In radialer Richtung ergab die Analyse eines zentralen Teils und der Randschicht eine Differenz des C/Ti von weniger als 0,02.

Eine im IMF durchgeführte Analyse mit Hilfe der Mikrosonde ergab, daß bei einer Untersuchung in radialer Richtung an mehreren Stellen C-Ausscheidungen von der Größenordnung 10  $\mu\text{m}$  gefunden wurden. Es war innerhalb der Fehlergrenzen von 0,12 des C/Ti-Verhältnisses kein Konzentrationsgefälle zwischen Kristallmitte und Rand festzustellen. Kumashiro u. a. [10] dagegen fanden eine deutliche Abnahme des C-Gehaltes zum Rand hin; die Zusammensetzung variierte von  $\text{TiC}_{1,00}$  im Zentrum bis  $\text{TiC}_{0,85}$  am Rand.

Die gute Homogenität unserer Kristalle war wahrscheinlich durch die Verwendung von reinem Argon als Schutzgas bedingt.

Um einen Kristall mit möglichst stöchiometrischer Zusammensetzung zu erhalten, wurden ergänzende Ziehversuche durchgeführt, wobei dem Ausgangsmaterial ein zusätzlicher Anteil an freiem Kohlenstoff von ca. 1,5 Gew. % und von ca. 3 Gew. % beigemischt wurden. Die Ziehversuche wurden wiederum sowohl unter Ar- als auch unter Ar + 5 Vol. %  $\text{H}_2$ -Atmosphäre durchgeführt.

Die chemische Analyse bestätigte den Verlust an Kohlenstoff bei diesen Versuchen zu Lasten des freien Kohlenstoffs, wenn unter Ar +  $\text{H}_2$ -Atmosphäre gezogen wurde.

Die Verluste an Kohlenstoff unter Ar-Atmosphäre waren gering. In allen Fällen wurde freier Kohlenstoff gelöst und somit erhöhte sich das Verhältnis C/Ti der Kristalle um ca. 0,02 (TiC + 1,5 Gew. % C) und um ca. 0,07 (TiC + 3 Gew. % C). Typische Analysenwerte sind in Tabelle 2 gezeigt.

#### V. Bearbeitung der gezonten Stäbe

Zur strukturellen Analyse wurden die gezonten Stäbe auf einem Neutronendiffraktometer am FR2 untersucht. Es zeigte sich, daß der Kern des gezonten Materials stets aus mehreren einkristallinen Bereichen bestand, die bis zu drei Winkelgrad gegeneinander versetzt waren. Abb. 6 zeigt eine fotografische Aufnahme des an der  $[200]$  Ebene reflektierten Strahls mit einer neutronenempfindlichen Kamera für drei Orientierungen der Probe relativ zum Primärstrahl. Die Auflösung des Spektrometers betrug  $10'$ ; die hellen Stellen der Bilder zeigen demnach Bereiche, die innerhalb  $10'$  gleich orientiert sind. Durch Aufnahmen dieser Art für verschiedene Netzebenen und Orientierungen des Kristalls war es möglich, die Größen und Lagen der einkristallinen Bereiche in dem gezonten Stab festzulegen. Um Einkristalle geeigneter Größe und Qualität zu erhalten, mußten diese in einem mühsamen Iterationsprozeß aus dem Schmelzling herausgeschnitten werden. Dieser Prozeß wurde laufend durch Abätzen der Oberflächen zur Feststellung der Korngrenzen sowie Untersuchungen mittels elastischer Neutronenstreuung kontrolliert. Abb. 3 b zeigt einen auf diese Weise gewonnenen Einkristall mit einem Volumen von ca.  $0,6 \text{ cm}^3$ . Die Bestimmung der Rockingkurve ergab eine Mosaikverteilung von  $0,4^\circ$  (Abb. 5). Bisher gelang es, mehrere Einkristalle mit Volumina größer als  $0,5 \text{ cm}^3$  herzustellen. An zwei Kristallen à  $0,6 \text{ cm}^3$  mit chemischen Zusammensetzungen von  $\text{TiC}_{0,89}$  und  $\text{TiC}_{0,94}$  wurden Messungen der Phononendispersion begonnen.

## VI. Zusammenfassung

Es wurden systematische Studien zur Herstellung von TiC Einkristallen mit dem vertikalen Zonenziehverfahren durchgeführt. Die hierbei gewonnenen Ergebnisse zur Optimierung des Herstellungsprozesses sollten auch für andere Übergangsmetallkarbide anwendbar sein.

Als Ausgangsmaterial waren zylindrische Stäbe mit einer Länge von ca. 200 mm und einem Durchmesser von ca. 12 mm am besten geeignet. Diese sollten keine inneren Spannungen und eine möglichst hohe Dichte haben.

Es wurde gezeigt, daß Variationen der chemischen Zusammensetzung, wie das Beimengen von freiem Kohlenstoff, zur Erhöhung des C/Ti führte, zugleich aber auch eine gewisse Zunahme des freien Kohlenstoffs im Kristall zur Folge hatte. Gute Ergebnisse wurden mit folgenden Bedingungen erzielt: Geometrie der Spule entsprechend Nr. 5 in Abb. 2, Ziehgeschwindigkeiten zwischen 8 und 15 mm/h, gegenläufige Rotation der Stabteile mit je 20 U/min, Argon-Schutzgasatmosphäre mit einem Druck von 10 - 12 atü und einem Nachheizer zur Verringerung des Temperaturgradienten im gezonten Kristall.

Wir danken Herrn Prof. Dr. W. Gläser für die Anregung zu dieser Arbeit und viele begleitende Diskussionen.

Für die Durchführung der chemischen Analysen und der Mikrosondenanalyse der vorliegenden Arbeit seien besonders Frau Dr. H. Schneider und Herrn Dr. Kleykamp, Institut für Material- und Festkörperforschung, gedankt.

Literatur

- [ 1 ] H. G. Smith, W. Gläser, Phys. Rev. Lett. 25 (1970) 1611
- [ 2 ] H. G. Smith, W. Gläser, Proc. Int. Conf. on Phonons,  
Rennes, (1971) 145
- [ 3 ] A. D. Kiffer, WADD T. R. 6 0-52 (1960)  
Defense Doc. Center No. AD-238-061
- [ 4 ] L. R. Fleischer, J. M. Tobin, J. of Cryst. Growth 8 (1971) 235
- [ 5 ] L. R. Fleischer, J. M. Tobin, J. of Cryst. Growth 8 (1971) 243
- [ 6 ] W. Precht, G. E. Hollox, J. of Cryst. Growth 3/4 (1968) 818
- [ 7 ] J. S. Haggerty, D. W. Lee, J. F. Wenckus  
AFML-TR-68-228 (1968)
- [ 8 ] J. Billingham, P. S. Bell, M. H. Lewis  
J. of Cryst. Growth 13/14 (1972) 693
- [ 9 ] M. E. Packer, M. J. Murray, J. of Cryst. Growth 16 (1972) 240
- [ 10 ] J. Kumashiro, A. Itoh, S. Misawa  
J. of Less-Common Metals 32 (1973) 21
- [ 11 ] R. N. Storey, R. A. Laudise, J. of Cryst. Growth 6 (1970) 261

Tabelle 1

Typische Werte der chemischen Analyse von Ausgangsmaterial und Kristall.

	Stab 1	Kristall 1	Stab 2	Kristall 2
Schutzgas		Ar + H <sub>2</sub>		Ar
C/Ti *	0,967	0,888	0,911	0,937
C <sub>ges.</sub> [Gew. %]	19,6(1)	18,2(1)	18,8(3)	19,0(2)
C <sub>frei</sub> [Gew. %]	0,1(1)	-	0,2	<0,02
N [ppm]	700 (100)	600 (100)	1100 (100)	400 (100)
O [ppm]	2900 (400)	1000 (200)	2700 (100)	300 (100)
Fe [ppm]			350	

\*) Werte gerechnet, abzüglich freiem Kohlenstoff.



Tabelle 2

Typische Werte der chemischen Analyse von gebundenem und freiem Kohlenstoff bei Ausgangsmaterial mit zusätzlich beigemischttem freiem Kohlenstoff.

(a) zus.  $C_{\text{frei}}$  ca. 1,5 Gew. %

	Stab 3	Kristall 3	Stab 4	Kristall 4
Schutzgas		Ar + H <sub>2</sub>		Ar
C/Ti *	0,912	0,936	0,959	0,967
$C_{\text{ges.}}$ [Gew. %]	20,3	19,0	20,4	19,0(1)
$C_{\text{frei}}$ [Gew. %]	1,7	<0,01	1,03	<0,01

(b) zus.  $C_{\text{frei}}$  ca. 3 Gew. %

	Stab 5	Kristall 5	Stab 6	Kristall 6
Schutzgas		Ar + H <sub>2</sub>		Ar
C/Ti *	0,906	0,973	0,903	0,987
$C_{\text{ges.}}$ [Gew. %]	21,6(1)	19,8(2)	21,4(1)	21,8
$C_{\text{frei}}$ [Gew. %]	3,15	0,25	3,0	1,98

\*) Werte gerechnet, abzüglich freiem Kohlenstoff

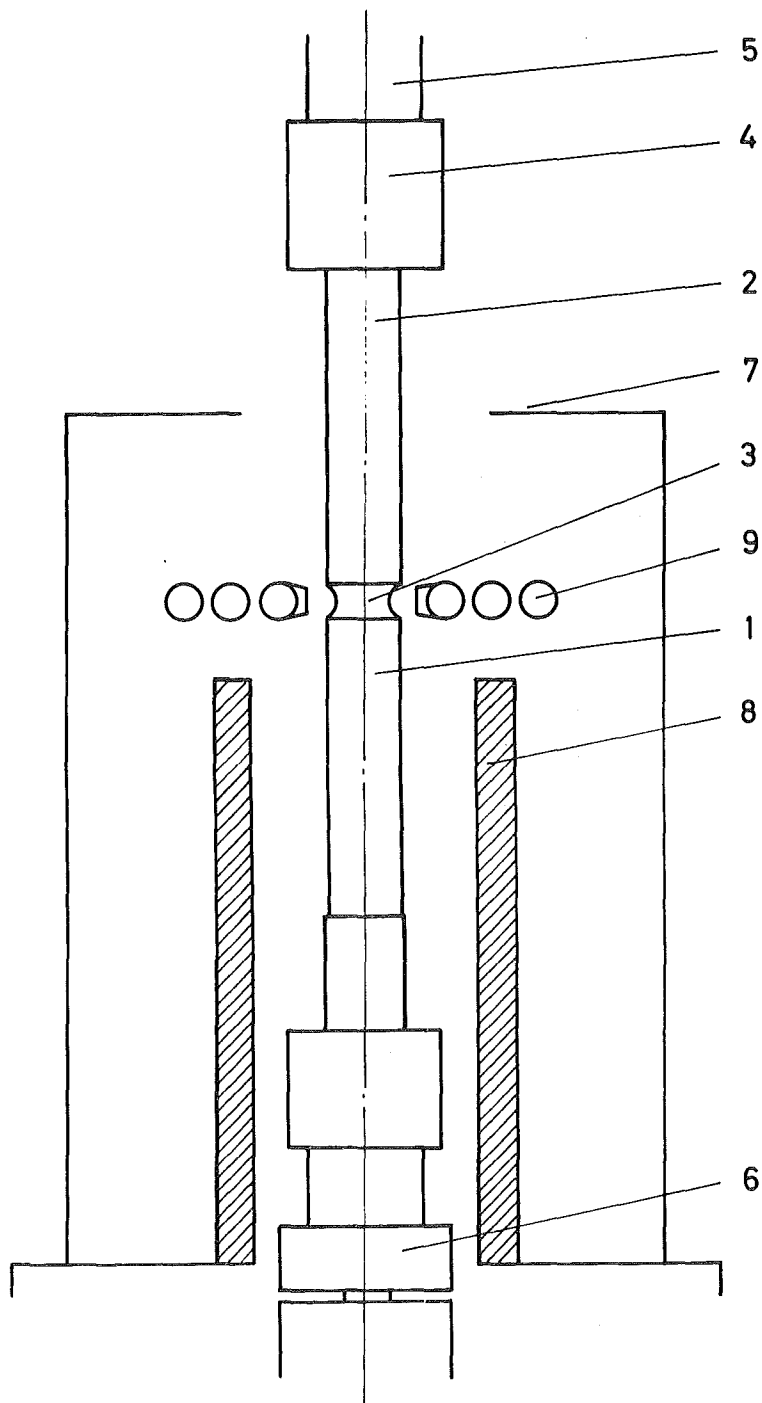


Abb.1 Anordnung im Inneren der Kristallziehanlage:  
1 TiC-Kristall, 2 TiC-Stab, 3 Schmelzzone, 4 Graphit-  
halterung, 5 BN-Isolator, 6 Freilauf, 7 Mo-Strahlungs-  
schild, 8 Graphitnacheizer, 9 HF-Spule

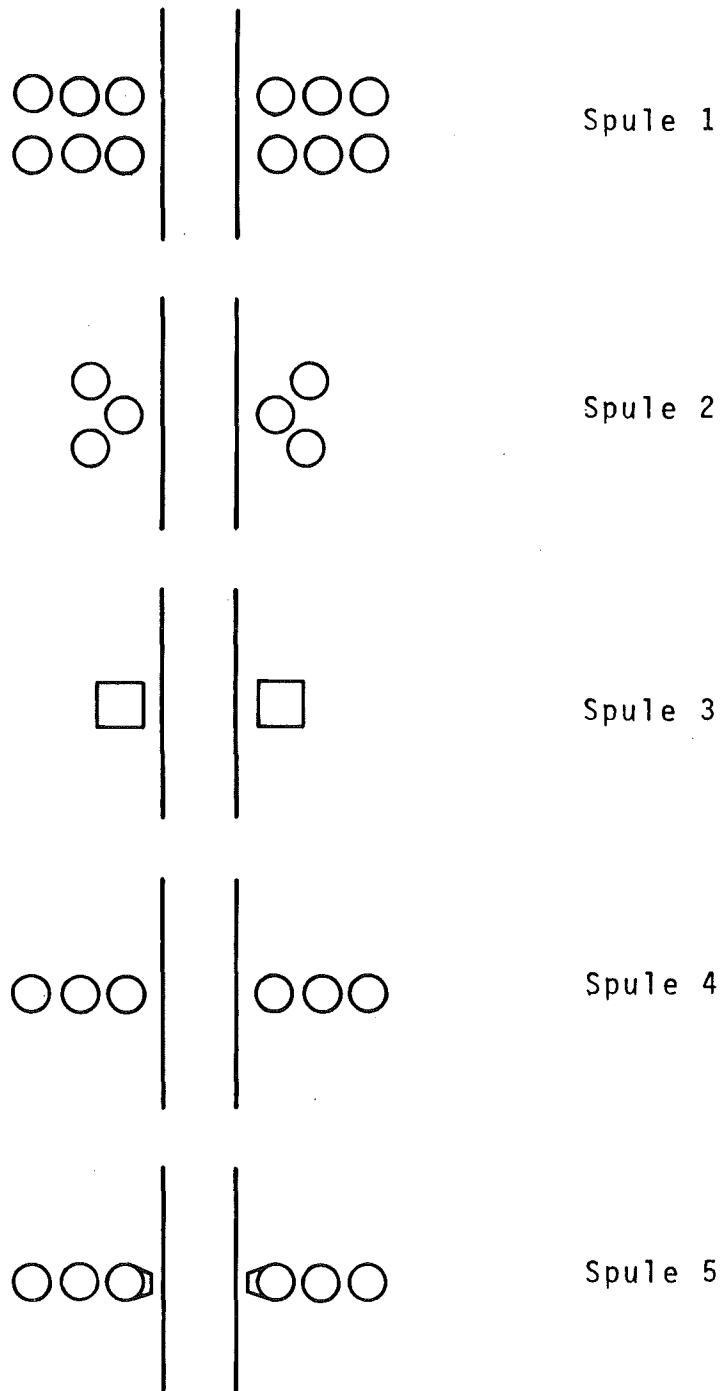
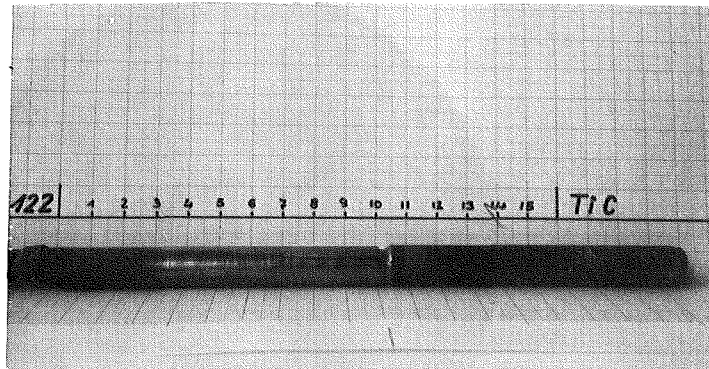
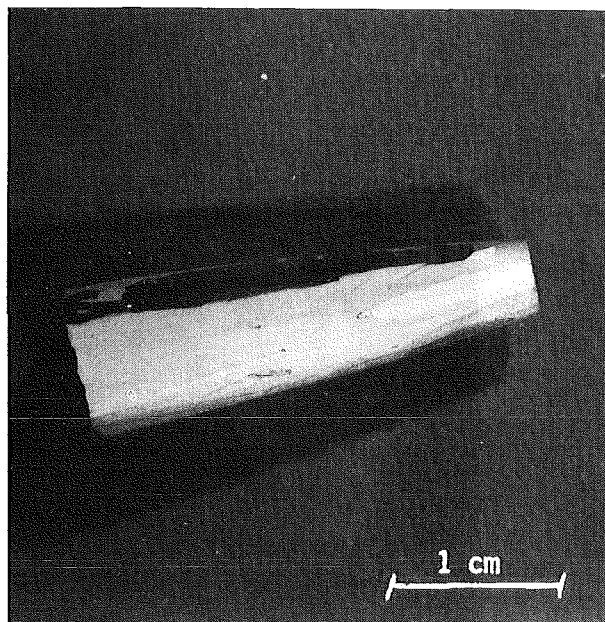


Abb.2 Getestete HF-Spulen

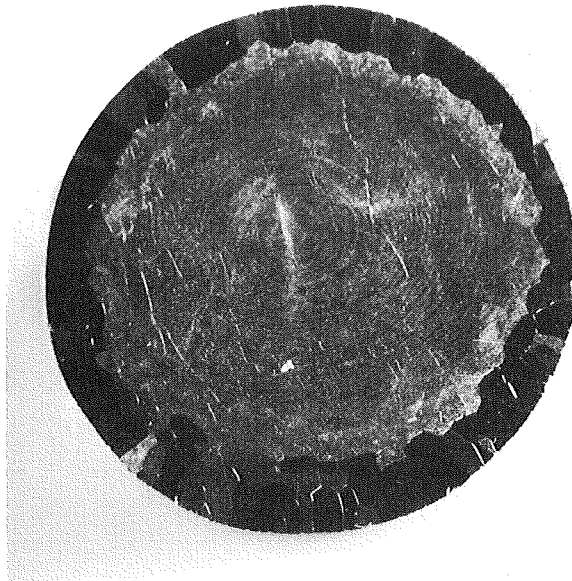


(a)

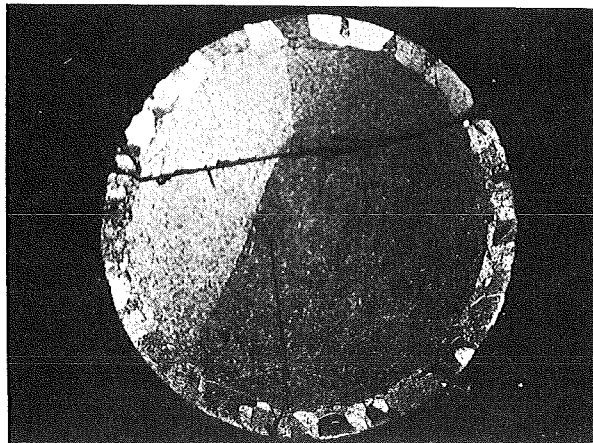


(b)

Abb.3 (a)gezonter TiC-Kristall  
(b)herausgesägter TiC-Einkristall



(a)



(b)

Abb.4 (a) Querschnitt durch einen TiC-Kristall  
(b) dgl. mit drei einkristallinen Bereichen,  
durchbrochen von Spannungsrissen

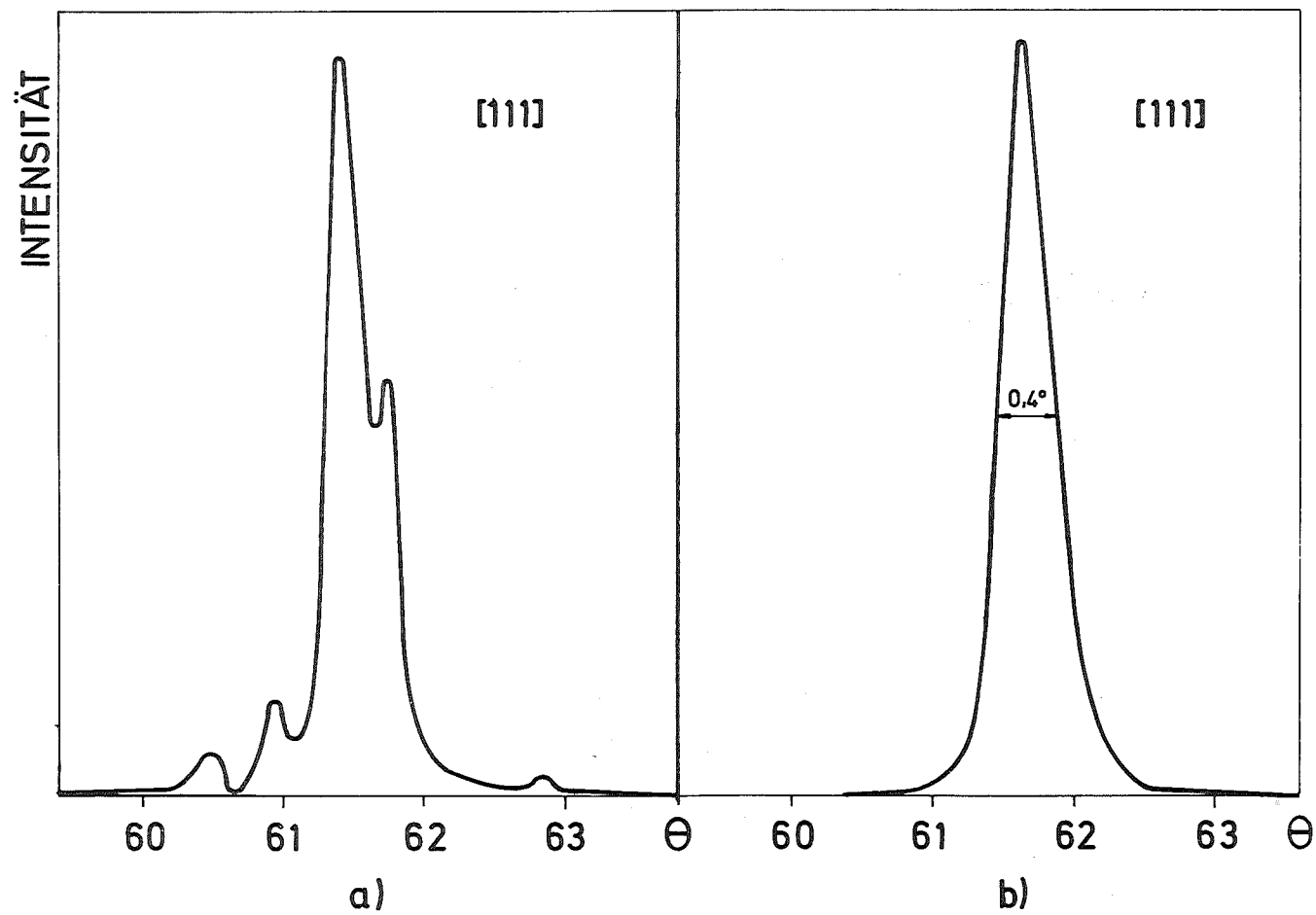
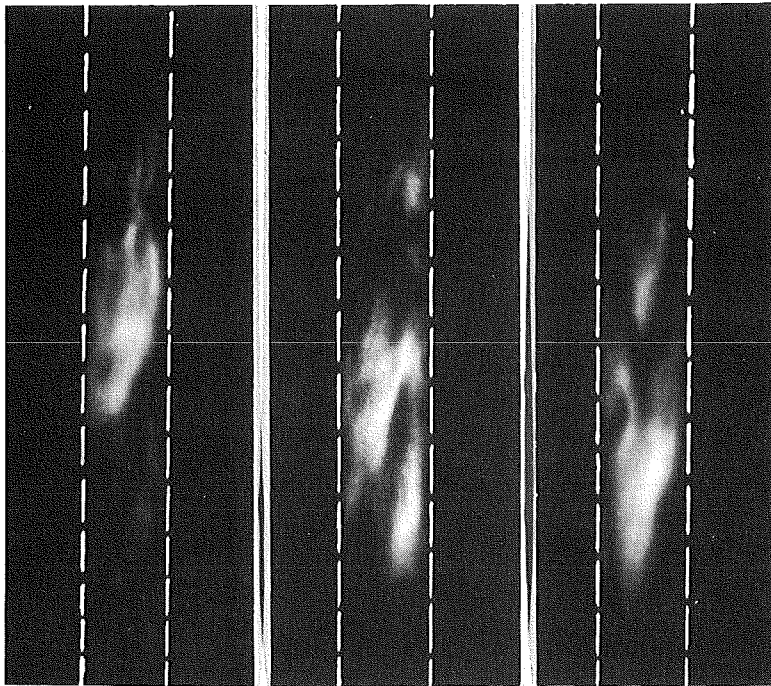


Abb.5 (a) Rockingkurve des gesamten TiC-Kristalls  
 (b) Rockingkurve des herausgesägten Einkristalls



$\theta =$        $21,5^{\circ}$                        $22^{\circ}$                        $22,7^{\circ}$

Abb. 6      Fotografische Aufnahmen des gezonten Materials im Neutronenstrahl, aufgenommen an drei Maxima der Rockingkurve, die innerhalb  $1,2^{\circ}$  liegen.

Umriß des TiC-Stabes gestrichelt eingezeichnet.