

МЕХАНІЧНА ОБРОБКА КРИСТАЛІВ САПФІРА ТА ВИГОТОВЛЕННЯ ПІДКЛАДОК ІЗ НИХ

**Д.І. Блецкан, О.Д. Блецкан,
О.Р. Лук'янчук, А.І. Машков, Я.М. Пекар**

Науково-виробнича фірма “Технокристал”, 88007, м. Ужгород, вул. Гранітна, 5-а
Ужгородський державний університет, 88000, м. Ужгород, вул. Волошина, 54

Описані основні етапи технології виготовлення сапфірових пластин орієнтації (0001) з базовим зрізом (11 $\bar{2}$ 0) для гетероепітаксії нітриду галію.

Вступ

Найбільшого використання сапфір знаходить в якості діелектричної підкладки при виготовленні КНС (кремній на сапфірі) – структур і кольорових та білих світлодіодів на базі GaN [1, 2]. Це стало можливим завдяки тому, що сапфір за механічними, термічними і технологічними параметрами сумісний з монокристалічним кремнієм, в якому формуються компоненти інтегральної схеми та нітридом галію, на базі якого виготовляють випромінюючі гетероструктури.

Сучасні оптоелектронні прилади (перш за все напівпровідникові світлодіоди і лазери) та інтегральні мікросхеми на базі КНС-структур є надзвичайно складні пристрої, виготовлені на діелектричних сапфірових пластинах з використанням нанотехнології. Враховуючи, що напівпровідникові оптоелектронні прилади та інтегральні схеми, виготовлені за нанотехнологією, містять активні елементи з лінійними розмірами десятки ангстрем, а глибина приповерхневих шарів, в яких вони формуються, часто менше 1 мкм, вплив структурних дефектів на функціонування приладів дуже великий. Дефекти є причиною виникнення струмів витоку, електричних пробів, центрами безвипромінювальної рекомбінації і відповідають за деградацію приладів тощо.

Тому, для одержання якісних оптоелектронних приладів та інтегральних схем необхідні однорідні сапфірові пластини з

поверхнею, вільною від дефектів і забруднень. Приповерхневі шари пластин не повинні мати порушень кристалічної структури і перш за все газових бульбашок і блоків. Дуже жорсткі вимоги ставляться до геометричних параметрів та характеристик пластин, особливо до їх площинності та орієнтації самих площин. Площинність поверхні має вирішальне значення при формуванні структур приладів методами оптичної літографії. Кристалографічна орієнтації площини (0001) є вирішальною у процесі гетероепітаксії GaN. Важливими є і такі геометричні параметри сапфірових пластин, як прогин, непаралельність сторін і допуск за товщиною.

Технологія виготовлення пластин з досконалою кристалічною структурою і високою геометричною точністю громіздка і трудомістка. Для забезпечення необхідних параметрів розробляють різні технологічні варіанти виготовлення сапфірових пластин із монокристалів. Варіанти виготовлення пластин мають свої особливості але, як правило, включають в себе одні й ті ж базові операції, які використовують у різних варіаціях. До базових операцій слід віднести: вирізання заготовки певної кристалографічної орієнтації з об'ємного кристала, калібрування заготовки, розділення її на пластини, шліфування пластин вільним або зв'язаним абразивом, формування фасок, хімічне травлення пластин, їх полірування і очистка.

1. Орієнтація кристалів сапфіра та виготовлення каліброваних циліндричних елементів для нарізання пластин

Використання в напівпровідниковому виробництві пластин стандартних розмірів (рис.1) дозволяє уніфікувати обладнання і оснащення на всіх операціях, починаючи від механічної обробки і закінчуючи контролем параметрів готових структур [3]. У зарубіжній промисловості знайшли використання пластини сапфіра орієнтації (0001) діаметром два, три і чотири дюйми, а орієнтації $(11\bar{2}0)$ і (1012) – 100, 125 і 150 мм. Для одержання пластин заданого діаметра здійснюють розкрій та калібрування монокристалічної булі.

Монокристали сапфіра є сильно анізотропними. Анізотропія властивостей має велике значення в технології виготовлення оптоелектронних приладів та інтегральних схем. Тому перед різанням монокристалі-

чних буль на пластини важливо знати розташування основних кристалографічних площин в монокристалі. Так, у підготовці якісних підкладок із сапфіра для гетероепітаксії GaN для виробництва блакитних та білих світлодіодів важливу роль відіграє точність орієнтації площини (0001) та базового зрізу $(11\bar{2}0)$.

Хоча в процесі вирощування монокристала сапфіра затравка орієнтується так, щоб площина $(11\bar{2}0)$ була паралельна поверхні розплаву, із якого вирощується монокристал, та все ж площина торця злитка не завжди виявляється строго паралельною площині $(11\bar{2}0)$ [4]. Здебільшого це викликано порушенням симетрії теплового поля у кристалізаційному вузлі. В результаті у вирощеного монокристала геометрична вісь не співпадає з кристалографічною віссю $[11\bar{2}0]$. Тому для одержання сапфірових пластин, орієнтованих у зада-

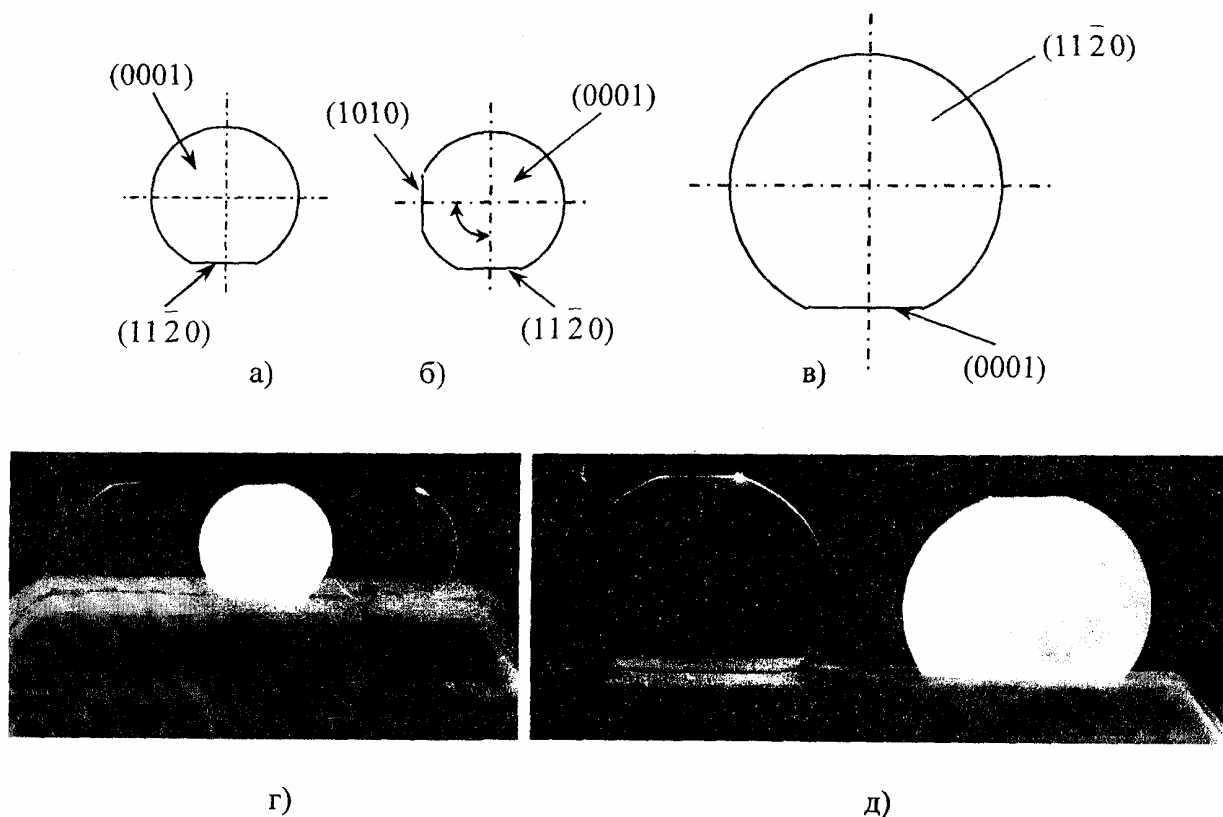


Рис.1. Взаємне розташування базових і допоміжних зрізів на пластинах сапфіра (а, б, в); г – поліровані пластини сапфіра діаметром два дюйми для гетероепітаксії нітриду галію; д – поліровані пластини сапфіра діаметром 100 мм для гетероепітаксії кремнію.

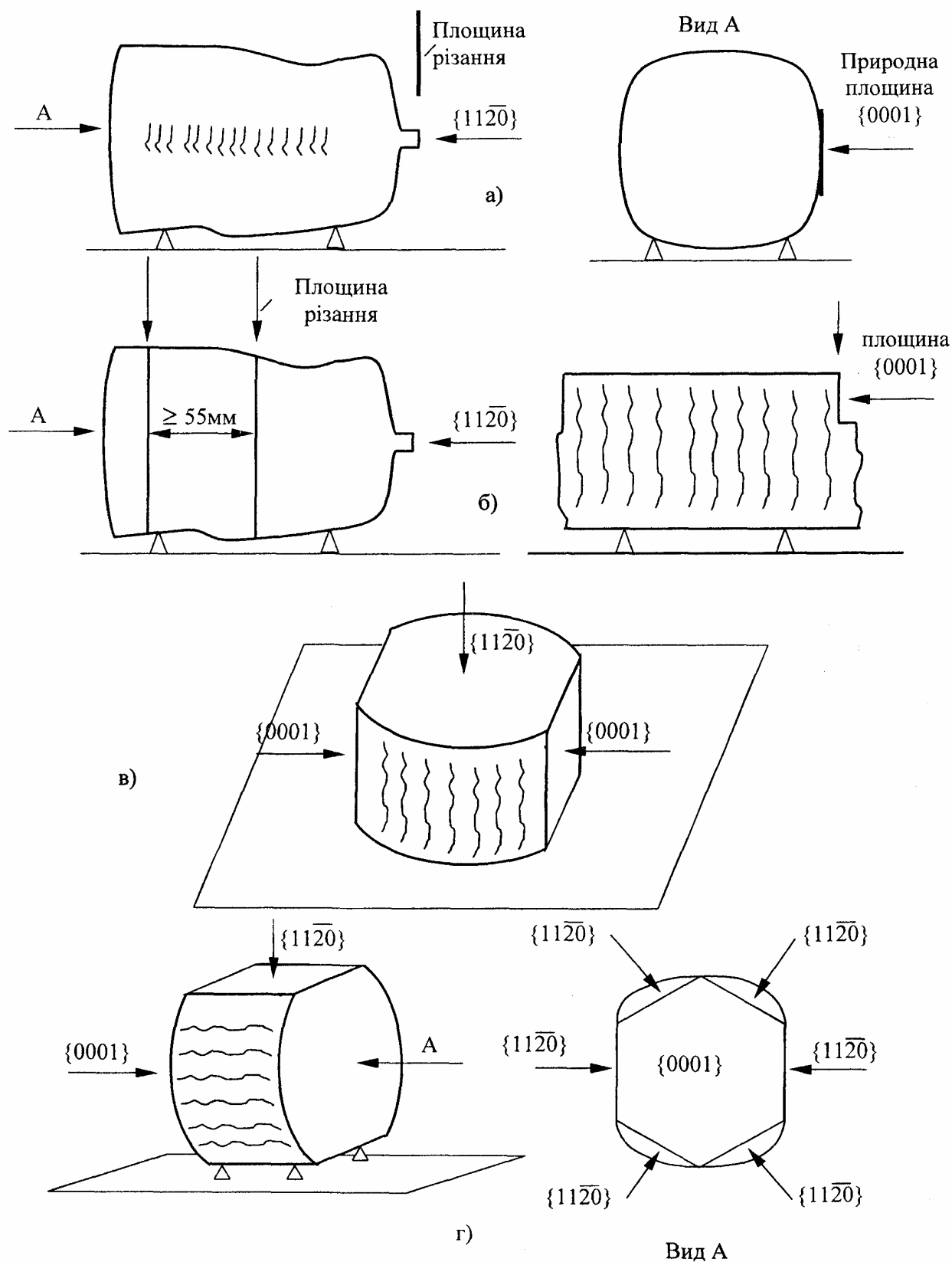


Рис.2. Схема розрізання монокристала сапфіра.

ній площині, здійснюють орієнтацію кристала, тобто визначають розташування в ньому основних кристалографічних площин.

Орієнтацію або пошук заданої кристалографічної площини монокристала $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ і визначення положення цієї площини по відношенню до торця злитка здійснюють рентгенівським і оптичним методами.

Для орієнтації кристалів сапфіру з використанням рентгенівського випромінювання використовують дифрактометричний метод. Для одержання циліндричних елементів діаметром 50,8 мм із вирошеного кристала в напрямі $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ роблять зріз, перпендикулярний до напрямку росту (рис.2, б). Одержаний зразок закріплюють на столик дифрактометра ДРОН-2,0 і методом дифрактограми здійснюють доорієнтацію площини $(11\bar{2}0)$ з точністю $< 0,2^\circ$.

Метод базується на відбиванні і дифракції рентгенівських променів кристалічною решіткою у відповідності до закону Вульфа-Брегга $2d \sin \theta = n\lambda$, де λ - довжина хвилі падаючого рентгенівського випромінювання; d – відстань між площинами; θ - кут між напрямом рентгенівських променів і кристалографічною площиною; n – ціле число, яке називають порядком відбивання.

Якщо для променів оптичного діапазону кут падіння дорівнює куту відбивання незалежно від того, під яким кутом до площини падає промінь, то для рентгенівського випромінювання існує тільки один кут, при якому буде відбуватись відбивання (розсіювання) рентгенівських променів. Цей кут залежить від частоти падаючих променів і будови кристалічної решітки речовини, від якої відбувається відбивання. У табл.1 приведені експериментально визначені бреггівські кути відбивання від різних площин для сапфіра.

Для реєстрації відбивання від площини (hkl) детектор необхідно установити у положення 2θ відповідно до формули Вульфа-Брегга та надати кристалу всі можливі орієнтації. В деякий момент площина (hkl) вийде у відбивне положення – роз-

ташується вертикально під кутом θ до початкового дифрагованого кута. При цьому лічильник фіксує відбивання. Усі можливі орієнтації кристала можна отримати обертанням його навколо взаємно перпендикулярних осей. Кристал необхідно вивести у відбивне положення, обертуючи його навколо осі, нормальної до площини зрізу і навколо вертикальної осі гоніометра. Обертання навколо вертикальної осі забезпечує гоніометр, а навколо горизонтальної осі – двигун, закріплений на тримачі зразка. Якщо робоча площина кристала 2 (рис.3) співпадає з шуканою кристалографічною площиною, достатньо встановити кристал під кутом θ_{hkl} до падаючого рентгенівського променя з трубки 1, щоб інтенсивність відбивання від площини (hkl) пучка, виміряна детектором 3, досягла свого максимального значення.

Табл.1. Значення кутів Вульфа-Брегга для деяких площин сапфіра [5].

Символи площин	Міжплощинні відстані d , Å	Порядок відбивання	θ°
{10 $\bar{1}$ 1}	3,479	1	12°48'
		2	26°17'
{01 $\bar{1}$ 2}	2,552	1	17°35'
		2	37°09'
{11 $\bar{2}$ 0}	2,379	1	18°54'
		2	40°22'
{0001}	2,165	3	20°51'
		6	45°26'
{02 $\bar{2}$ 1}	1,964	1	23°06'
		2	51°42'
{11 $\bar{2}$ 3}	1,601	1	28°46'
{21 $\bar{3}$ 1}	1,514	1	30°36'
{10 $\bar{1}$ 4}	1,510	1	30°41'
{10 $\bar{1}$ 0}	1,374	3	34°07'
{20 $\bar{2}$ 5}	1,0988	1	44°31'
{22 $\bar{4}$ 3}	1,0426	1	47°40'

При відхиленні робочої площини (hkl) на кут δ , кристал необхідно повернути на цей кут, з тим, щоб виконати приве-

дену вище умову, тобто установити площину (hkl) у положення відбивання. Після цього положення кристалографічної осі визначають провівши вимірювання кутів α і β , де α – кут повороту детектора, β – подвоєний кут повороту зразка. Кут відхилення δ площини (hkl) від робочої площини кристала вираховують за формулою:

$$\delta = \frac{|\alpha - \beta|}{2}. \quad (1)$$

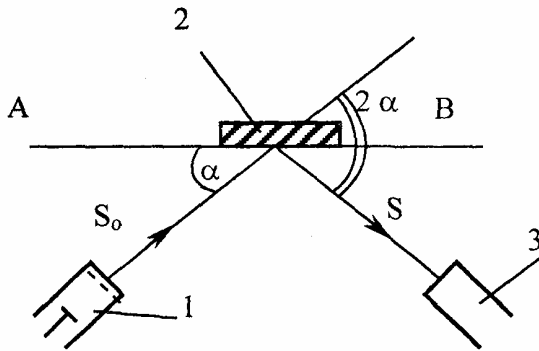


Рис.3. 1 – рентгенівська трубка; 2 – обертовий столик; 3 – приймач індикатора; АВ – лінія площини рамки столика.

Зйомку проводять в CuK_α - випромінюванні, на довжині хвилі $1,39217 \text{ \AA}$. Зразок робочою площиною закріплюють до відповідних площин тримача. Лічильник установлюють в положення 2θ для відбивання від площини $(11\bar{2}0)$ рівне $37^\circ 48'$. Плавним обертанням площин зразка навколо осі гоніометра і обертанням перпендикулярної до робочої частини, одержують максимум інтенсивності відбитого променя. Ці операції необхідно проводити при мінімальних розмірах входних щілин детектора випромінювання. Для більш точного розрахунку кута відхилення δ , вимірювання точного положення кристала проводять при русі тримача навколо вертикальної осі гоніометра в двох напрямках: від малих кутів до великих і від великих до малих, а в якості точного положення беруть середнє значення кута β .

У відповідності з результатами доорієнтації необхідно зробити новий зріз, що забезпечує точність орієнтації площини $(11\bar{2}0)$ менше $0,2^\circ$. Після чого кристал переміщують за допомогою мікрометрично-

го гвинта на відстань 60 мм і роблять ще один різ. В результаті отримують циліндричну заготовку діаметром, який дорівнює діаметру кристала і двома паралельними основами, що відповідають орієнтації $(11\bar{2}0)$ (рис.2, в). Для знаходження площини (0001) і здійснення двох паралельних різів по ній, відправним моментом є вихід природної площини (0001) на бічну поверхню вирощеного кристала. З урахуванням цього, необхідно зробити перший зріз паралельний до природної площини (0001) , після чого здійснюють доорієнтацію відрізаного зразка і уже кінцево роблять зріз вздовж площини (0001) з точністю $<0,2^\circ$. Переміщаючи заготовку паралельно відрізаній площині (0001) роблять ще один різ і отримують елемент зображений на рис.2, в. Після цього вирізають шестигранник за схемою приведеною на рис.2, г. Виготовлений у такий спосіб шестигранник наклеюють на металевий п'єдестал (рис.4, а) і здійснюють калібрування до заданого діаметра (50, 8 мм, рис. 4, б). Калібрування злитків сапфіра проводять за допомогою зовнішнього круглого шліфування алмазними кругами на металічній або органічній зв'язках на універсальному круглошліфувальному станку моделі 3М152МВФ2-01, який дозволяє здійснювати калібрування з малими радіальними силами різання (рис.4, в). Використання алмазних кругів зернистістю 40/50 мкм забезпечувало глибину порушеного шару до 50-80 мкм.

Після калібрування циліндричної поверхні на злитку виготовляють базовий зріз $(11\bar{2}0)$. Базовий зріз роблять для орієнтації і базування пластин на операціях осадження шарів GaN. Ряд іноземних фірм замовляють пластини сапфіра з додатковим (маркованим) зрізом (рис.1, б). Додаткові зрізи необхідні для позначення кристалографічної орієнтації пластин. Базовий і додатковий зрізи формують методом шліфування на плоскошліфувальному станку чашковими алмазними кругами або кругами прямого профілю із зернистістю алмазного порошку 40-60 мкм. Один або декілька циліндричних злитків закріплю-

ють у спеціальній приставці, орієнтуючи при цьому необхідну кристалографічну площину паралельно поверхні стола станка. У зону обробки подають мастильно-охолодну рідину. Оскільки базовий зріз повинен мати певну строгу орієнтацію

практикується так звана обернена зйомка: касета установлюється у цьому випадку перед кристалом; касета та плівка мають у центрі отвір, крізь який до кристала проходить первісний пучок. Рентгенограми зняті за методом оберненої зйомки називаються епіграмами. Епіграми зручні для дослідження масивних кристалів, лауеграма більш зручна для визначення орієнтації тонких пластин.

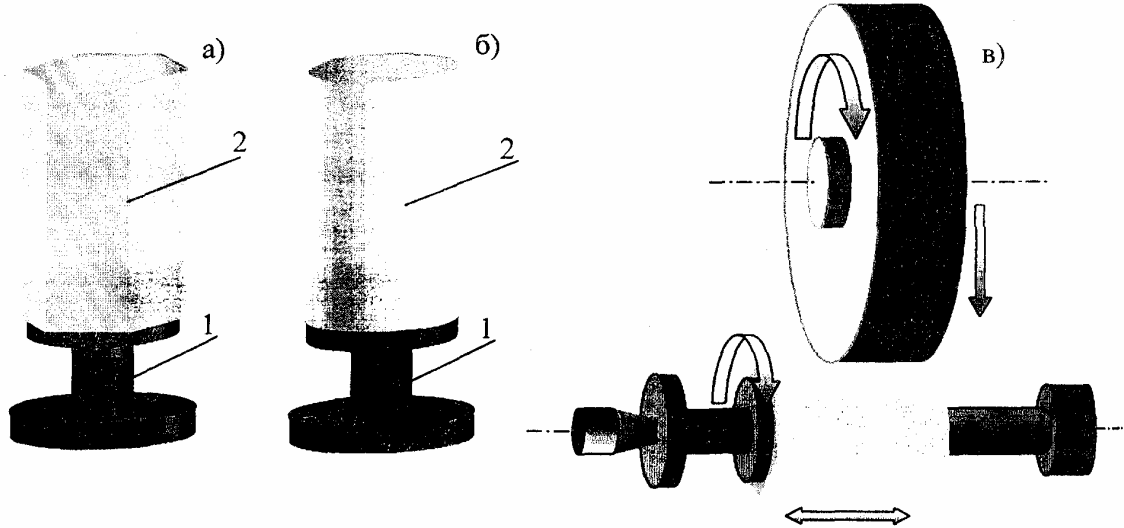


Рис.4. Шестигранна заготовка вирізана з об'ємного кристалу, наклеєна на металічний п'єдестал до (а) і після механічної обробки (б). Калібрування кристала круглим шліфуванням периферією круга (в): 1 – заготовка, 2 – шліфувальний круг.

($11\bar{2}0 < \pm 0,5^\circ$), то перед процесом шліфування необхідно зорієнтувати циліндричну заготовку і точно визначити площину ($11\bar{2}0$). З цією метою із циліндра вирізають тонку пластину орієнтації ($11\bar{2}0$) знімають з неї лауеграму (рис.5). У цьому методі пучок рентгенівських променів виділяється коліматором. Кристал установлений на шляху пучка, кріпиться на гоніометричну головку. Найчастіше в методі Лауе використовують плоску касету, яку розміщують за кристалом перпендикулярно до первісного пучка. В касету, відкрити з боку кристала або покрити лише тонким листом алюмінію, уставляють рентгенівську плівку, закриту чорним папером. Місце падіння первісного променя на плівку прикривають невеликим свинцевим кругом, з метою знищення ореолу на плівці, який виникає навколо центральної плями внаслідок розсіювання променів при проходженні крізь плівку та при їх попаданні на стінку касети (рис.5). Іноді

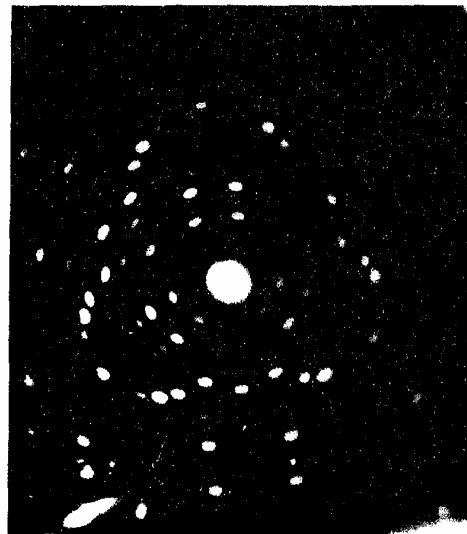


Рис.5. Лауеграма кристала $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

ваються епіграмами. Епіграми зручні для дослідження масивних кристалів, лауеграма більш зручна для визначення орієнтації тонких пластин.

Для визначення орієнтації кристалів сапфіра оптичними методами використо-

вують такі явища, як коноскопичні фігури і плеохроїзм [7]. Досліджувались зразки розміром $60 \times 60 \times 80$ мм, вирізані з різних кристалів $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, з відполірованими площинами, перпендикулярними до оптичної осі кристала. Перпендикулярність полірованих поверхонь досліджуваних зразків до оптичної осі кристала була не гіршою $0,20^\circ$.

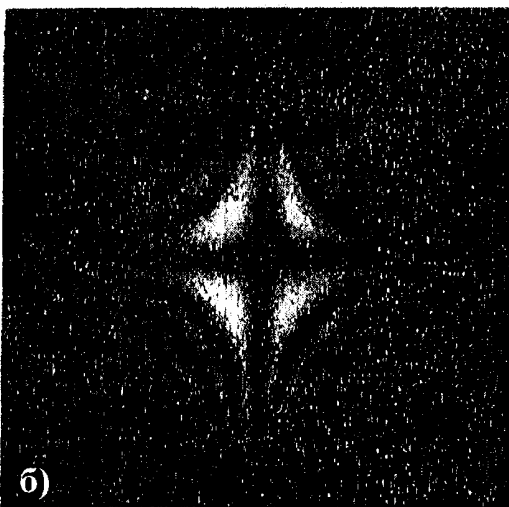
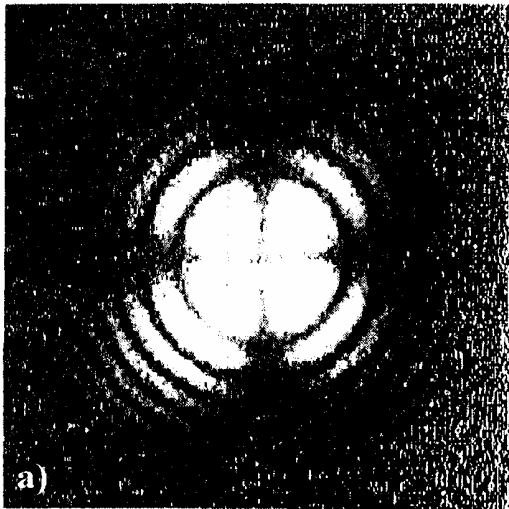


Рис. 6. Інтерференційна картина одновісного кристала сапфіра у збіжному поляризованому світлі при схрещених ніколях у зрізі, перпендикулярному до оптичної осі (а) і паралельному оптичній осі (б).

У випадку, якщо пластинка одновісного кристала вирізана перпендикулярно до оптичної осі і спостерігається у збіжному монохроматичному світлі у схрещених ніколях, то інтерференційна картина являє собою систему концентричних світлих і

темних кілець, які пересікаються вітками темного хреста, що виходять із центра (рис.6). В середині поля зору спостерігається темнота, так як промені, які поширюються сюди із першого ніколя не притерплюють подвійного заломлення і гасяться другим ніколем [6]. Промені, які однаково нахилені до оптичної осі, набувають однакової різниці ходу, тому ізохроми мають форму концентричних кілець. Першому від центра світлому кільцю відповідає в схрещених ніколях різниця ходу в $2/\lambda$, другому – $3/2 \cdot \lambda$ і т.д. Ці кільця є відповідними перерізами бертенівських поверхонь одновісних кристалів. Темний хрест є пара ізогір одновісних кристалів. Якщо пластинка вирізана строго перпендикулярно до оптичної осі, то інтерференційна картина не буде змінюватись при обертанні і зміщенні пластини в її площині.

Коноскопичні картини дозволяють судити також про якість кристалів. У сходячому світловому пучку можна спостерігати коноскопичну фігуру одновісного кристала тільки у випадку відсутності в кристалі внутрішніх напруг. При наявності таких в кристалі виникає аномальне подвійне променезаломлення, яке пропорційне цим напругам, що приводить до розходження балок хреста коноскопичної фігури.

2. Способи нарізання заготовок із монокристалів сапфіра

Традиційні способи нарізання, які використовують в напівпровідниковій промисловості, не завжди можуть бути використані, оскільки монокристали сапфіру відрізняються значною анізотропією механічних властивостей у різних кристалографічних напрямках. Крім того, механічне нарізання спряжене з великими втратами дорогоцінного матеріалу, тому при виборі способу різання необхідно перш за все забезпечити мінімальні відходи матеріалу.

У процесі виготовлення діелектричних підкладок для світлодіодів, монокристал сапфіра розрізають на різних його стадіях:

- при вирізанні заготовок ;

- при розділенні каліброваних заготовок на пластини;
- при розділенні пластин з нанесеними на них епітаксіальними шарами GaN на елементи.

Найбільшого поширення в промисловості набули такі способи механічного нарізання [3]:

- нарізання монокристалічних буль на заготовки і каліброваних заготовок на пластини алмазними дисками з зовнішньою і внутрішньою різальними кромками;
- нарізання монокристалічних буль і каліброваних заготовок сталевими полотнами з використанням абразиву;
- скрайбування пластин променем лазера.

Вихідними критеріями для вибору того чи іншого методу є швидкість різання, граничні розміри заготовок і можливість появи сколів.

Станки для різання монокристалічних буль на заготовки відповідних розмірів і орієнтації алмазними дисками з зовнішньою різальною кромкою подібні до звичайних фрезерних станів, у яких замість фрези установлюють алмазний диск. Перед установленням диска на шпиндель здійснюють рихтування диска на підгоночній металевій плиті. Отвір у диску із зовнішньою різальною кромкою більший за діаметр осі шпинделя. Для закріплення диска і усунення биттів диск з двох боків стискується фланцями, діаметр яких на 50-70 мм менший за діаметр диска, щоб вони не заважали розпилюванню монокристала. Товщина дисків із зовнішньою різальною кромкою 3-4 мм.

Операція розрізування монокристалів сапфіра на окремі заготовки досить трудомістка. Процес розрізування відрізними кругами здійснюється при розрізуванні кристалів, що обертаються – як кругле шліфування з поперечною подачею або врізне шліфування, при розрізуванні кристалів, що не обертаються – як плоске шліфування. Режими різання алмазними відрізними кругами визначаються експериментально і сильно залежать від напрямку кристалографічної площини вздовж якої роблять розрізування. Для кристалів сап-

фіра оптимальна швидкість різання складає від 20 до 90 м/с, глибина різання – від декілька мікрон до десятих міліметра, а швидкість подачі до 5 м/хв.

На рис.7 приведена схема різання монокристала сапфіра з зовнішньою алмазною різальною кромкою. Продуктивність даного способу різання не велика. При швидкості обертання диску порядку 3000 об/хв. монокристал сапфіра діаметром 110 мм може бути розрізаний за 2 години. Для збільшення продуктивності часто використовують не одиничні диски, а набір дисків, тобто на шпиндель станка через прокладки розміщують два-три диски. Товщину прокладок вибирають в залежності від необхідних розмірів заготовок.

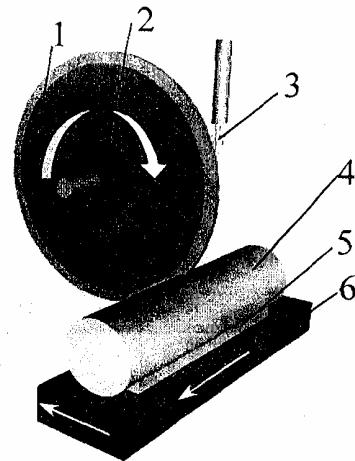


Рис.7. Схема різання диском із зовнішньою алмазною різальною кромкою: 1 – диск, 2 – фланець, 3 – охолоджуюча рідина, 4 – кристал сапфіра, 5 – клей-мастика, 6 – робочий столик.

Різання дисками з зовнішньою різальною кромкою має наступні переваги: обладнання, що використовується нескладне за будовою, налагоджуванням і установленням інструменту; при різанні набором дисків метод забезпечує високу продуктивність обробки і хорошу якість поверхні розрізу.

Основним недоліком різання таким диском є невелика жорсткість інструмента, яка залежить від співвідношення його розмірів (товщини і зовнішнього діаметра) і, як наслідок, неможливість якісного різання товстих заготовок, і невелика точ-

ність і якість обробки.

Важливим фактором, який визначає якість різання та стійкість ріжучого інструменту є використання мастильно-охолодної рідини (МОР), яка повинна забезпечити наступні вимоги:

- знизити коефіцієнт тертя інструмента з поверхнею монокристалічної заготовки за рахунок мастильної дії рідини;
- понизити температуру в зоні контакту круга та заготовки за рахунок охолоджуючої дії рідини;
- зменшити “засолювання” ріжучої кромки круга за рахунок миючої дії рідини (із зони контакту видаляються мілкодисперсні частинки сапфіра та алмазовміщуючого шару);
- зменшення шорсткості поверхні заготовки та кількості дефектів на ній (тріщин, мікротріщин, сколів тощо) за рахунок вищевказаних властивостей.

В якості МОР при нарізанні заготовок із монокристалів сапфіра використовують 10-20 % розчин етиленгліколю у воді та емульсію складу: вода – 85 мас. %, емульсор – 15 мас. %. Водний розчин етиленгліколю має наступні переваги: кращу охолоджуючу дію, внаслідок великої теплоємності, теплопровідності, прихованої теплоти та швидкості випаровування.

3. Нарізання пластин із циліндричних заготовок алмазними дисками з внутрішньою різальною кромкою.

Найбільш продуктивними промисловими методами нарізання пластин сапфіра з каліброваних монокристалічних заготовок є нарізання алмазними кругами з внутрішньою різальною кромкою і набором сталевих полотен.

Алмазний круг із внутрішньою різальною кромкою (АКВР) забезпечує нарізання сапфірових заготовок діаметром до 100 мм з високою продуктивністю, точністю і малими втратами основної речовини. Круг АКВР являє собою металічний кільцеподібний корпус товщиною 0,05-0,2 мм, на внутрішній кромці якого закріплені алмазні зерна, за допомогою яких здійснюється процес різання. Корпус виготовляють із

високоякісних корозійностійких хромо-келевих сталей із зміцнюючими легуючими присадками (наприклад, сталь марки 12Х18Н10Т). Формоутворення смужки здійснюють способом холодного прокатування, в результаті чого досягається міцність на розрив до 1760-1960 МПа.

Алмазовмісткий різальний шар на внутрішній кромці корпусу круга формують гальваностегією. В електролітичну ванну поміщують корпуси, захищені ізоляторами по всій поверхні, за виключенням внутрішньої кромки. Ванну заповнюють електролітом і засипають до неї алмазний порошок необхідної зернистості. При пропусканні постійного електричного струму між анодом і корпусами на внутрішній кромці осаджується металічний шар, який захоплює і закріплює до корпусу алмазні зерна. Металічний шар, який осідає, називають зв'язкою. Частіше за все це нікель або кобальт. Товщина різальної кромки у два-три рази більша за товщину корпусу.

Розмір алмазних зерен, закріплених на внутрішній кромці, вибирають в залежності від фізико-механічних властивостей (твердості, крихкості, здатності до адгезії) того матеріалу, який необхідно різати. Як правило, для різання сапфіру доцільно використовувати алмазні зерна з розміром основної фракції 80-125 мкм. Зерна повинні бути досить міцними і мати форму, близьку до форми правильних кристалів.

Схему різання сапфірового злитку кругом АКВР представлено на рис.8. Круг 1 розтягують і закріплюють на барабані 2, який приводять в обертання навколо своєї осі. Злиток 3 вводять у внутрішній отвір круга АКВР на відстань, яка дорівнює сумі заданої товщини пластини і ширини пропилю. Після цього здійснюють прямолінійне переміщення злитку відносно круга, який обертається, в результаті чого від злитку відрізається пластина.

Відрізана пластина (5) падає у збірний лоток (6). Після наскрізного прорізання злитка його відводять у вихідне положення і круг виходить із утвореного прорізу. Потім злиток знову переміщують на заданий крок у внутрішній отвір круга і

повторюють цикл відрізання пластини.

Обов'язковою умовою якісного нарізання пластин із заготовки є правильна установка і закріплення круга АКВР. Висока міцність матеріалу корпусу і його здатність до значного витягування дають можливість натягнути круг на барабан з достатньою жорсткістю. Жорсткість круга безпосередньо впливає на точність і якість поверхні пластин, на стійкість круга, тобто термін його роботи і ширину пропилу. Недостатня жорсткість приводить до виникнення дефектів геометрії пластин (не площинності, прогину, розкиду за товщиною) і збільшення ширини пропилу, а занадто велика жорсткість – до швидкого виходу круга із строю внаслідок розриву корпусу.

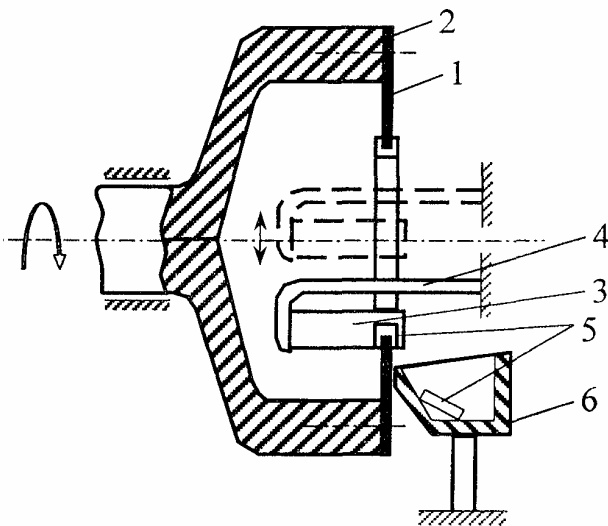


Рис.8. Схема різання кристалічної циліндричної заготовки кругом АКВР: 1 – круг АКВР, 2 – барабан, 3 – кристал, 4 – оправка, 5 – пластина, 6 – збірний лоток.

Другою важливою характеристикою натягнутого круга є радіальне биття різальної кромки. На практиці необхідно забезпечити, щоб після натягування усі точки внутрішньої різальної кромки були рівновіддалені від центра круга, через який проходить вісь його обертання. Реальний круг завжди встановлюється з деякими відхиленнями, в результаті чого різні точки його різальної кромки віддалені від центра на різні відстані. Різницю між найбільшою і найменшою відстанню від

центра до різальної кромки називають її радіальним биттям.

Перевищення радіального биття за допустиме значення приводить до того, що погіршується геометрія (площинність) пластин, що відрізаються, на їх поверхні виникають тріщини і сколи. При великому радіальному битті різальна кромка працює не на всій своїй довжині, а лише на невеликих ділянках, що знижує стійкість круга.

Контроль радіального биття різальної кромки найбільш просто здійснити за допомогою годинникового індикатора. Для цього стояк індикатора закріплюють на столі станка, а наконечник вимірювальної головки підводять до внутрішньої поверхні різальної кромки нерухомого круга. Після зняття показів індикатора наконечник відводять від різальної кромки і круг повертають навколо його осі на деякий кут, після чого проводять наступні вимірювання. Виконавши вимірювання на 8-12 рівновіддалених одна від одної точках різальної кромки, віднімають від найбільшого значення, одержаного за допомогою індикатора, найменше, отримують значення радіального биття.

На практиці використовують два способи натягання круга на барабан: механічний і гідравлічний. Найбільшого поширення у промисловому виробництві отримав спосіб натягування за допомогою гідравлічного механізму, який забезпечує рівномірне розтягуюче зусилля по зовнішньому контуру круга. Використання гідравлічного механізму натягнення ставить високі вимоги до ізотропності механічних властивостей матеріалу корпусу круга, так як їх анізотропія є основною причиною появи радіального биття різальної кромки. При натяганні круга гідравлічним механізмом радіальне биття не регулюється і не може бути усунено без правки різальної кромки.

Правка, яка дозволяє зменшити або усунути радіальне і осьове биття різальної кромки, полягає в розрізанні алмазним кругом абразивного бруска із карбіду кремнію або електрокорунду з розміром зерен

20-40 мкм. У процесі правки видаляється частина різальної кромки у тих місцях, де вона найбільше виступає. Правку проводять при частоті обертання круга 1500-2000 об/хв., подачі біля 20 мм/хв. і споживанні мастильно-охолодної рідини $4 \div 8$ л/хв.

Основними режимами різання, які визначають якість відрізаних пластин, продуктивність обробки і стійкість інструменту, є швидкість різання (число обертів круга за хвилину), робоча подача і витрата мастильно-охолодної рідини. Обов'язковою умовою ефективності процесу різки є правильний вибір типорозміру круга АКВР з алмазним порошком оптимальної зернистості.

Режим різання вибирають з урахуванням діаметра заготовки, товщини пластини, кристалографічної орієнтації різання і стану обладнання. Швидкість різання в основному визначається міцністю матеріалу, який нарізають і його схильністю до налипання на різальну кромку.

4. Внутрішні напруги в кристалах. Термічна обробка кристалів та пластин

Великий процент поколу, який має місце при нарізанні та всіх видах подальшої механічної обробки пластин (0001), у значній мірі обумовлений наявністю у кристалах сапфіра залишкових внутрішніх напруг. Напруги у кристалах виникають внаслідок процесів, які відбуваються при їх рості і охолодженні, а їх величина залежить від умов вирощування і ступені чистоти вихідної речовини. Оскільки у процесі вирощування і охолодження кристалу виникають значні осьові та радіальні градієнти температури, то вони приводять до утворення у кристалі дислокацій. Останні викликають напруги у вирощеному кристалі після його охолодження. Крім того напруги виникають із-за локального порушення складу або наявності чужорідних домішок. Термічні напруги можна зменшити завдяки удосконаленню теплового вузла і умов вирощування, які забезпечують зменшення градієнтів температури у кристалі у процесі вирощування і

охолодження. Однак усунути повністю внутрішні напруги тільки зміною умов кристалізації та охолодження не вдається [4].

Слід пам'ятати, що дислокації і їх скопчення можуть виникати не тільки в процесі кристалізації але також і в результаті механічної обробки кристалів при виготовленні із них елементів. При нарізанні і послідуєчій обробці пластин алмазним інструментом і абразивним матеріалом, на поверхні утворюються мікротріщини і пов'язані з ними мікронапруги, що приводить до зменшення міцності самих пластин.

Для усунення крихкості кристалів сапфіра і пластин, нарізаних з них, використовували термічну обробку. Термообробка кристалів і пластин нами проводилась в одній із ростових установок "Омега", тепловий вузол якої частково модифікували для цієї мети. Режим відпалу кристалів і пластин багатостадійний: нагрівання зразка до температури відпалу, витримка при цій температурі і послідуєче охолодження. Оптимальний режим знаходили, варіюючи його параметри – температуру відпалу, тривалість витримки при даній температурі, швидкість нагрівання і охолодження.

Задача термообробки кристалів сапфіра розпадається на дві: для зняття залишковий напруг, що виникають у процесі кристалізації, необхідний підбір високотемпературного режиму відпалу; усунення місцевих напруг, що викликані механічною обробкою пластин, можливе більш у м'якому режимі.

Установлено, що міцність відпалених пластин (0001) після нарізання по відношенню до міцності невідпалених пластин, збільшується тільки в інтервалі температур відпалу до 1470 К. Послідуєче підвищення температури відпалу від 2 до 50 г у діапазоні температур 1470-1970 К не приводить до подальшого зростання міцності пластин, яка досягається в результаті відпалу при 1470 К на протязі 2 г, що є оптимальним режимом термообробки. Для покращення якості і збільшення виходу го-

тових пластин доцільно після кожної операції механічної обробки пластини проводити її термообробку при 1470 К на протязі 2 г. При такій термообробці відбувається якісна зміна поверхневого шару, відбувається зняття мікронапруг, концентраторами яких є мікроподряпини, які утворюються при механічній шліфовці та поліровці пластин. Присутність напруг контролювали спостереженням пластин у збіжному поляризованому світлі за коноскопичною картиною, яка при наявності напруг стає аномальною-двовісною.

Дуже важливим є зняття напруг у кристалі, викликаних дислокаціями. Для цього використовували високотемпературний відпал, вплив якого на дислокаційну структуру вивчали за зміною густини одиничних дислокацій,

виявлених вибірково травленням на площині (0001) в залежності від температури відпалу у вакуумі і тривалості витримки при сталій температурі. В результаті проведених досліджень установлено, що помітне зменшення густини одиничних дислокацій має місце при температурах вище 2070 К. Саме високотемпературний відпал циліндричних елементів з основою (0001) при температурі 2070-2170 К на протязі двох годин різко зменшує розтріскування пластин при їх нарізанні алмазним диском із внутрішньою різальною кромкою. При нарізанні пластин з невідпалених елементів спостерігається більший процент поколу пластин розтріскування пластин.

1. Папков В.С., Цыбульников М.Б. Эпитаксиальные кремневые слои на диэлектрических подложках и приборы на их основе. - М.: Энергия. 1979. 88с.
2. Ponce F.A., Bour D.P. Nitride-based semiconductors for blue and green light-emitting devices. – Nature. 1997. V.386. P.351-359.
3. Мокеев О.К., Романов А.С. Технология полупроводникового производства. - М.: Высш. школа. 1984.
4. Блецкан Д.І., Блецкан О.Д., Лук'янчук О.Р., Машков А.І., Пекар Я.М., Цифра В.І. Промислове вирощування моно-

кристалів сапфіра видозміненим методом Кіропулоса. - Науковий вісник Ужгородського університету. Серія фізика. 2000. №6. С.221-240.

5. Рубин и сапфир. Под ред. Классен-Неклюдовой М.В., Багдасарова Х.С. - М.: Наука. 1974. 236 с.
6. Шубников А.В. Оптическая кристаллография. М.: Изд-во АН СССР. 1950. 275 с.
7. Грум-Гржимайло С.В. Приборы и методы для оптического исследования кристаллов. - М.: Наука. 1972. 127 с.

MECHANICAL PROCESSING OF SAPPHIRE CRYSTALS AND PRODUCING SUBSTRATES OF THEM

**D.I. Bletskan, O.D. Bletskan, O.R. Lukyanchuk, A.I. Mashkov, J.M.
Pekar**

Scientific-production firm "Technocrystal", Ukraine, 88007, Uzhhorod, Granitna Str., 5-a.

Uzhgorod State University, 88000, Uzhgorod, 54 Voloshin str.

The main stages of the producing technology of sapphire plates of *(0001)* orientation with the basic plane *(1120)* for GaN heteroepitaxy are described.