



**KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS
MATEMATIKOS IR GAMTOS MOKSLŲ FAKULTETAS**

Karolina Zaleckaitė

**KOKYBINIŲ PARAMETRŲ UŽTIKRINIMAS SAFYRO
PLOKŠTELIŲ POLIRAVIMO PROCESĖ**

Baigiamasis magistro projektas

Vadovas

Prof. dr. Giedrius Laukaitis

KAUNAS, 2017

KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS
MATEMATIKOS IR GAMTOS MOKSLŲ FAKULTETAS

**KOKYBINIŲ PARAMETRŲ UŽTIKRINIMAS SAFYRO
PLOKŠTELIŲ POLIRAVIMO PROCESSE**

Baigiamasis magistro projektas
Medžiagų mokslas (kodas 621J50005)

Vadovas

(parašas) Prof. dr. Giedrius Laukaitis
(data)

Recenzentas

(parašas) Doc. dr. Linas Puodžiukynas
(data)

Projektą atliko

(parašas) Karolina Zaleckaitė
(data)

KAUNAS, 2017



KAUNO TECHNOLOGIJOS UNIVERSITETAS

Matematikos ir gamtos mokslų Fakultetas

(Fakultetas)

Karolina Zaleckaitė

(Studento vardas, pavardė)

Medžiagų mokslas, 621J50005

(Studijų programos pavadinimas, kodas)

„Kokybinių parametrų užtikrinimas safyro padėkliukų poliravimo procese“

AKADEMINIO SAŽININGUMO DEKLARACIJA

20 17 m. Gegužės mėn. _____ d.
_____ Kaunas _____

Patvirtinu, kad mano, **Karolinos Zaleckaitės**, baigiamasis projektas tema „Kokybinių parametrų užtikrinimas safyro plokštelių poliravimo procese“ yra parašytas visiškai savarankiškai ir visi pateikti duomenys ar tyrimų rezultatai yra teisingi ir gauti sąžiningai. Šiame darbe nei viena dalis nėra plagijuota nuo jokių spausdintinių ar internetinių šaltinių, visos kitų šaltinių tiesioginės ir netiesioginės citatos nurodytos literatūros nuorodose. Įstatymų nenumatytų piniginių sumų už šį darbą niekam nesu mokėjęs.

Aš suprantu, kad išaiškėjus nesąžiningumo faktui, man bus taikomos nuobaudos, remiantis Kauno technologijos universitete galiojančia tvarka.

(vardą ir pavardę įrašyti ranka)

(parašas)

Santrumpos.....	7
Paveikslų sąrašas.....	8
Lentelių sąrašas	10
IŽANGA	11
1. LITERATŪROS APŽVALGA	13
1.1. Aliuminio oksido fazės.....	13
1.2. Kristalinė gardelė ir plokštumos.....	13
1.3. Plokštumos svarba optikai	16
1.4. Apdirbimo metodai.....	17
1.5. Poliravimo mechanizmas.....	21
1.6. Abrazyvo dalelių įtaka poliravimo greičiui ir paviršiaus kokybei	23
1.7. Poliravimo disko įtaka poliravimo greičiui ir paviršiaus kokybei.....	26
1.8. Plokštelės paviršiaus charakteristikų priklausomybė nuo technologinių parametrų ...	29
2. MEDŽIAGOS IR TYRIMŲ METODAI	31
2.1. Geometrijos matavimo įranga	31
2.2. Rentgeno spindulių difraktometras.....	35
2.3. Rentgeno spindulių difraktometras „D8 DISCOVER Bruker“	36
2.4. Poliravimo įranga	37
2.5. Profilometras	38
2.6. Atominių jėgų mikroskopas.....	39
2.7. Poliravimo diskas ir pastos	41
3. TYRIMŲ REZULTATAI IR JŲ APTARIMAS.....	42
IŠVADOS	61
LITERATŪROS ŠALTINIAI.....	62
PRIEDAI.....	64
Priedas Nr. 1 [33]	64
Priedas Nr. 2 [18]	65
Priedas Nr. 3.....	67

Zaleckaitė Karolina. KOKYBINIŲ PARAMETRŲ UŽTIKRINIMAS SAFYRO PADĖKLŲ POLIRAVIMO PROCESE. *Magistro* baigiamasis projektas / vadovas Prof. dr. Giedrius Laukaitis; Kauno technologijos universitetas, Matematikos ir gamtos mokslų fakultetas.

Mokslo kryptis ir sritis: Technologijų mokslai, medžiagų inžinerija 08T.

Reikšminiai žodžiai: *chemini-mechaninis poliravimas, safyro plokštelės, paviršiaus šiurkštumas, poliravimo greitis.*

Kaunas, 2017. 68 p.

SANTRAUKA

Dėl savo unikalių mechaniniu, cheminiu ir elektriniu savybių safyras (Al_2O_3) yra labai plačiai naudojamas elektronikos, optikos, mechanikos ir kitose pramonės srityse. Safyro plokštelių paklausa vis labiau auga ir pagal prognozes artimiausiu metu tai neturėtų keistis. Šiuo metu safyro plokštelės plačiausiai naudojamos LED šviestukuose kaip dangos, ant kurių auginamas GaN sluoksnis. Elektronikos srityje reikalavimai tampa vis griežtesni, todėl bet kokie paviršiaus defektai yra nepageidaujami ir nulemia safyro plokštelių panaudojimo galimybes. Norint Al_2O_3 plokšteles taikyti aukštos klasės operacijose ir įrenginiuose, pagrindinis reikalavimas yra mažas paviršiaus šiurkštumas ir apdirbimo našumas. Tinkamai parinkus apdirbimo parametrus bei medžiagas galime optimizuoti procesą ir gauti aukštus reikalavimus atitinkančias safyro plokšteles. Naujausiais tyrimais nustatyta, kad CMP metodas tinkamiausias norint gauti ypač mažo šiurkštumo paviršių, kuris atitinka aukščiausios klasės reikalavimus. Tačiau šio proceso pritaikymas safyru, dėl unikalių medžiagos savybių, iki šiol turi neišspręstų problemų ir yra toliau nagrinėjamas.

Pagrindinis šio darbo tikslas yra nustatyti CMP proceso parametrų, tokių kaip: prispaudimo jėgos, poliravimo laiko, poliravimo pastoje esančių abrazyvo dalelių dydžio poveikį poliravimo greičiui, paviršiaus šiurkštumui, geometriniams parametrams bei plokštelės orientacijai. Poliruotų plokštelių paviršiaus charakteristikos buvo tiriamos AJM, didelės raiškos profilometru, optiniu prietaisu bei Rentgeno spindulių difraktometru. Remiantis optiniu aparatu gautais rezultatais ir atlikus skaičiavimus buvo nustatytas poliravimo greitis.

Buvo nustatyta, kad didėjant prispaudimo jėgai poliravimo greitis didėja, šiurkštumo pasiskirstymas skirtingose plokštelės srityse taip pat gerėja, tačiau mažiausios vertės gaunamos kuomet prispaudimo jėga lygi 600 N. Padidinus poliravimo laiką galime gauti lygesnį paviršių, tačiau poliravimo greitis sumažėja. Naudojant poliravimo pastą su mažesnio dydžio abrazyvo dalelėmis poliravimo greitis didėja, o mažam šiurkštumui gauti reikalingas ilgesnis poliravimas. Didesnio poveikio geometriniams plokštelių parametrms ir orientacijai poliravimas neturėjo.

Zaleckaitė Karolina. ASSURANCE OF QUALITY PARAMETERS IN SAPPHIRE POLISHING PROCESS. *Master's thesis in material science / supervisor assoc. prof. Giedrius Laukaitis* The Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Kaunas University of Technology.

Research area and field: Technology sciences, materials engineer 08T.

Key words: chemical-mechanical polishing; sapphire wafer; surface roughness; material removal rate.

Kaunas, 2017. 68 p.

SUMMARY

Because of its unique mechanical, chemical and electrical characteristics sapphire single crystals are widely used in various industries, especially in electronics. The latest trends of sapphire usage are for high-brightness light emitting diode (LED) devices as a substrate for GaN layer growing. So, the volume of sapphire wafer production is growing and in the nearest future trends are not going to change. Because of parameters getting stricter for electronic devices any surface defect in wafer have more influence in product application. Making Al₂O₃ wafers with low surface roughness and optimization of polishing process is a challenge for researchers. The treatment process could be optimized by choosing the relevant processing parameters and materials. Researches shows that CMP method is the most acceptable for making high surface quality wafers. However, this method needs more investigation because of unique sapphire properties.

Influence of polishing time, top load, different size of abrasive particles in slurry to surface roughness of C-plane sapphire wafer, material removal rate, geometrical parameters and axis tilt orientation were analyzed. AFM, high resolution profilometer and XRD were used to analyze wafer surface area, roughness, crystal size and orientation. Optical device was used to measure changes in thickness of the samples before and after polishing. Given results were used to calculate removal rate.

Surface analysis shows that there is linear dependent of removal rate to top load and better distribution of surface roughness in wafer is obtained by increasing top load. The lowest roughness values were found at top load of 600 N. There was noticed that by increasing polishing time lower roughness values could be achieved, but it affects in decreasing material removal rate. Geometric orientation and tilt parameters are significantly dependent on polishing. Smaller abrasive particles in polishing slurry takes more time to get same roughness as bigger particles, but with increased polish time lower roughness could be reached using smaller abrasive particles.

SANTRUMPOS

3D – trimatis.

A – maksimalus nelygumų aukštis.

A ir B – temperatūriniai koeficientai.

AJM – atominių jėgų mikroskopas.

CMP – cheminis-mechaninis poliravimas.

d_{max} – atstumas tarp plokštelės maksimumo taško iki atskaitos plokštumos.

d_{min} – atstumas tarp plokštelės minimumo taško iki atskaitos plokštumos.

G – reakcijos aktyvacijos energija.

k – koeficientas.

K – konstanta.

LED – puslaidininkiniai šviesos diodai.

m – svoris.

MOCVD – metalorganinis cheminis garų nusodinimas.

MRR – poliravimo/ šlifavimo greitis.

N – matavimų skaičius.

P – prispaudimo jėga.

r – spindulys.

R_a – vidutinis šiurkštumas.

R_q – vidutinis kvadratinis šiurkštumas.

R_{sk} – asimetriškumas.

t – laikas.

T – plokštelės storis

T_a – atstumas tarp apatinio jutiklio ir plokštelės.

TTV – bendras storio pasiskirstymas.

T_v – atstumas tarp viršutinio jutiklio ir plokštelės.

T_{vis} – atstumas tarp jutiklių.

V – disko sukimosi greitis.

XRD – Rentgeno spindulių difraktometras.

Z – zondo aukščio padėtis.

Z_{mean} – vidutinis aukštis

ρ – tankis.

PAVEIKSLŲ SĄRAŠAS

1 pav. Aliuminio oksido ir aliuminio hidroksidų struktūros pokytis priklausomai nuo temperatūros [5].....	13
2 pav. α -Al ₂ O ₃ struktūra. A, B deguonies jonų, a, b ir c Al jonų plokštumos. Iš kairės į dešinę: išsidėstymas plokštumomis, vaizdas iš viršaus, heksagoninė gardelė [5].....	14
3 pav. Safyro kristalinės gardelės narvelis su atvaizduotomis plokštumomis [2]	14
4 pav. Besiformuojančios skirtingos fazės ant skirtingos orientacijos safyro padėklų [10].....	15
5 pav. Safyro kristalo atomų išsidėstymo schema [10].....	16
6 pav. Heksagoninio safyro kristalo atominis laiptelio modelis. W _s ir H _s laiptelio ilgis ir aukštis [15].....	17
7 pav. Šlifavimo ir poliravimo modelis kietoms ir trapioms medžiagoms [2]	18
8 pav. Safyro paviršiaus 3D topografija: a) prieš šlifavimą, b) po šlifavimo vandenyje, c) po šlifavimo etilenglikolyje, d) po šlifavimo etilendiamine [2]	20
9 pav. Principinė šlifavimo schema [22].....	20
10 pav. Paviršiaus pažeidimų abrazyvo dalelėmis schema (H _p -pažeistas sluoksniu; d ₁ , d ₂ – abrazyvo dalelių diametras) [2].....	21
11 pav. Poliravimo koloidiniu siliciu schema [2]	23
12 pav. Poliravimas su skirtingo dydžio abrazyvu [25]	24
13 pav. Reakcijos tarp SiO ₂ ir Al ₂ O ₃ aktyvacijos energijos priklausomybė nuo temperatūros [25]	25
14 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo poliravimo disko sukimosi greičio esant skirtingai prispaudimo jėgai [4]	27
15 pav. Kontaktinio ploto įtaka poliravimo greičiui [1].....	28
16 pav. Trinties koeficiento priklausomybė nuo poliravimo disko Jungo modulio [1].....	28
17 pav. Standartinis diskas poliravimo metu [1].....	28
18 pav. Mažo Jungo modulio diskas poliravimo metu [1]	28
19 pav. Poliravimo greičio palyginimas naudojant skirtingus poliravimo diskus [1]	29
20 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo uretano tipo poliravimo disko Jungo modulio [1]	29
21 pav. Safyro kristalo schema su pažymėta C (0001) plokštuma [32]	31
22 pav. Principinė geometrijos matavimo įrenginio schema	32
23 pav. Plokštelės tvirtinimas ir matavimo taškai.....	33
24 pav. Plokštelės storio matavimo schema.....	33
25 pav. Išlinkimo matavimo schema.....	34
26 pav. Iškrypimo matavimo schema.....	34
27 pav. Rentgeno spindulių difraktometro matavimo schema	35
28 pav. Matuojamų parametrų principinė schema	36
29 pav. Poliravimo proceso schema.....	38
30 pav. AJM principinė veikimo schema [26].....	40
31 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo prispaudimo jėgos pagal vidutines storio vertes.....	42
32 pav. Poliravimo greitis naudojant 1 poliravimo pastą (abrazyvas 75 nm)	43
33 pav. Poliravimo greitis naudojant 2 poliravimo pastą (abrazyvas 34,6 nm)	44
34 pav. Storio pokytis poliruojant 10 min ir 15 min	45
35 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo laiko	46
36 pav. Plokštelės grafinis vaizdas su skaičiais pažymėtomis matavimo sritimis	46

37 pav. Profilograma išskirta į tris zonas	47
38 pav. Šiurkštumo verčių vidutinė vertė skirtingose srityse	48
39 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose srityse priklausomai nuo poliravimo laiko (naudojama poliravimo pasta su 34,6 nm dydžio abrazyvu, 600 N prispaudimo jėga)	49
40 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose srityse priklausomai nuo poliravimo pastos (abrazyvo dalelės 1 pastoje 75,0 nm, 2 pastoje 34,6 nm)	49
41 pav. Šiurkštumo priklausomybė nuo prispaudimo jėgos	50
42 pav. Plokštelė su pažymėtomis matavimo sritimis	51
43 pav. Pirmos srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)	51
44 pav. Antros srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)	52
45 pav. Trečios srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)	53
46 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose $1\mu\text{m}^2$ srityse priklausomai nuo poliravimo pastos ir laiko (abrazyvo dalelių dydis 1 – 75,0 nm, 2 – 34,6 nm)	54
47 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose $20\mu\text{m}^2$ srityse priklausomai nuo poliravimo pastos ir laiko (abrazyvo dalelių dydis 1 – 75,0 nm, 2 – 34,6 nm)	54
48 pav. 1 bandinio histogramos: a), b) ir c) atitinkamai 1, 2 ir 3 srityse	55
49 pav. 2 bandinio histogramos: a), b) ir c) atitinkamai 1, 2 ir 3 srityse	56
50 pav. Rentgeno difraktograma (0 – prieš poliravimą, poliravimo parametrai: 1 – 15 min, 500 N, abrazyvo dydis 75,0 nm; 2 - 10 min, 600 N, abrazyvo dydis 75,0 nm; 3 - 15 min, 600 N, abrazyvo dydis 34,6 nm; 4 - 10 min, 600 N, abrazyvo dydis 34,6 nm)	59
51 pav. Safyro kristalinė gardelė su pažymėtomis kraštinėmis	60

LENTELIŲ SĄRAŠAS

1 lentelė. Skirtingų safyro plokštumų parametrai.....	15
2 lentelė. Ryšio energijos safyro paviršių poliruojuant silicio dioksido nanodalelėmis [15].	25
3 lentelė. Safyro apdirbimo greitis (mm/h) priklausomai nuo abrazyvo ir apkrovos [2].	30
4 lentelė. Safyro plokštelių specifikacijos.	31
5 lentelė. Profilometro techniniai duomenys [32].	39
6 lentelė. Tyrimų metu naudojamų poliravimo pastų charakteristikos.....	41
7 lentelė. Prispaudimo jėgos poveikio poliravimui tyrimo parametrai ir rezultatai.	42
8 lentelė. Plokštelių storio pokytis esant skirtingai poliravimo trukmei.	44
9 lentelė. Poliravimo greičio vertės poliruojuant skirtingais laikais.....	45
10 lentelė. Bandinių šiurkštumo tyrimo rezultatai.....	47
11 lentelė. Bandinių poliravimo parametrai.	51
12 lentelė. Šiurkštumo vertės išmatuotos $1 \mu\text{m}^2$ plote trijose srityse kurios pavaizduotos 42 paveikslėlyje.....	53
13 lentelė. Šiurkštumo vertės išmatuotos $20 \mu\text{m}^2$ plote trijose srityse kurios pavaizduotos 42 paveikslėlyje.....	54
14 lentelė. Geometrijos matavimo rezultatai prieš ir po poliravimo.	57
15 lentelė. Bandinių tyrimo XRD rezultatai.	58
16 lentelė. Bandinių intensyviausių smailių padėtys.	60

IŽANGA

Dėl savo ypatingų optinių savybių safyro (Al_2O_3) monokristalai yra ideali medžiaga apsauginiams langams, optiniams lęšiams, bei pritaikomi elektronikoje. Išskirtinės mechaninės savybės leidžia juos naudoti neoptiniuose, su atsparumu dėvėjimuisi susijusiose įrenginių detalėse, tokiose kaip guoliai, antgaliai ir kita. Dėl savo plataus pritaikymo optikos bei mobiliųjų telefonų srityje kiekvienais metais safyro plokštelių paklausa vis didėja [1, 2]. Pritaikymo galimybės ir tolimesnių operacijų, kuriose naudojamos safyro plokštelės, našumas priklauso nuo plokštelių geometrinių ir paviršiaus savybių. Tinkamai parinkus apdirbimo parametrus bei medžiagas nedidelėmis sąnaudomis išgaunamos geros plokštelių charakteristikos [3].

Safyro kristalas naudojamas LED šviestukų (*angl. Light emitting diode*) gamyboje. Safyro plokštelės naudojamos kaip padėklas auginant galio nitrido (GaN) epitaksinį, šviesą skleidžiantį sluoksnį. GaN naudojamas suformuoti didelio šviesumo mėlynos, žalios, melsvai žalios ir baltos šviesos diodams. Norint ant plokštelių formuoti epitaksinį sluoksnį būtinas labai lygus ir švelnus paviršius [1].

Safyro plokštelės apdirbamos keliais metodais, kurių paskutinis yra poliravimas. Vienas iš tinkamiausių ir dažniausiai naudojamų metodų safyro poliravimui yra cheminis-mechaninis poliravimas (CMP). CMP esmė yra plokščio, lygaus ir švelnaus paviršiaus formavimas parenkant atitinkamus proceso parametrus, poliravimo diską bei abrazyvinių dalelių ir cheminės sudėties tirpalą. Cheminio ir mechaninio poveikio dėka, CMP procesas leidžia išgauti norimą paviršiaus šiurkštumą. Šiame procese persipina cheminis ėsdinimas ir mechaninis poliravimas laisvomis abrazyvo dalelėmis [3, 4].

Dėl išskirtinio safyro monokristalo kietumo, didelio mechaninio ir cheminio atsparumo, plokštelių apdirbimas tampa tikru iššūkiu. Iki šiol yra ieškoma efektyviausių ir tiksliausių CMP metodo parametrų, naudojamų priemonių bei jų kombinacijų [3].

Darbo tikslas: Nustatyti cheminio – mechaninio poliravimo proceso parametrų įtaką safyro plokštelių paviršiaus šiurkštumui ir poliravimo trukmei.

Darbo uždaviniai:

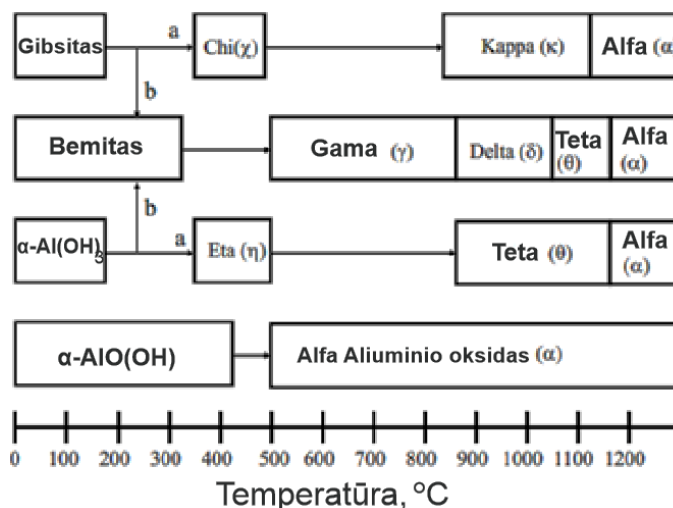
1. Atlikti literatūros analizę apie CMP modelį ir nustatyti teorines poliravimo parametrų priklausomybes.
2. Eksperimentiškai ištirti CMP proceso parametrų įtaką poliravimo greičiui ir plokštelių paviršiaus šiurkštumui.
3. Eksperimentiškai ištirti CMP procese naudojamos poliravimo pastos įtaką poliravimo greičiui ir plokštelių paviršiaus šiurkštumui.

4. Ištirti CMP proceso įtaką plokštelės orientacijai ir geometriniams parametrams.
5. Nustatyti optimalius poliravimo proceso parametrus užtikrinant kokybinius reikalavimus.

1. LITERATŪROS APŽVALGA

1.1. Aliuminio oksido fazės

Aliuminio oksidas gali egzistuoti daugelio fazių: α , χ , η , δ , κ , θ , γ , ρ . Šios fazės formuojasi skirtingose temperatūrose termiškai veikiant aliuminio hidroksidus, aliuminio oksihidroksidus ar aliuminio druskas (žr. 1 pav.). Iš visų kristalografinių struktūrų termodinamiškai stabiliausia yra α -aliuminio oksido fazė [5, 6].



1 pav. Aliuminio oksido ir aliuminio hidroksidų struktūros pokytis priklausomai nuo temperatūros [5]

Visi hidroksidai dideliais kiekiais formuojasi natūraliai iš boksito, išskyrus bajeritą. Kaip matome iš 1 paveikslėlio, gavus bet kokios fazės Al_2O_3 , keliant temperatūrą galiausiai gausime stabiliausią α fazę [5, 7].

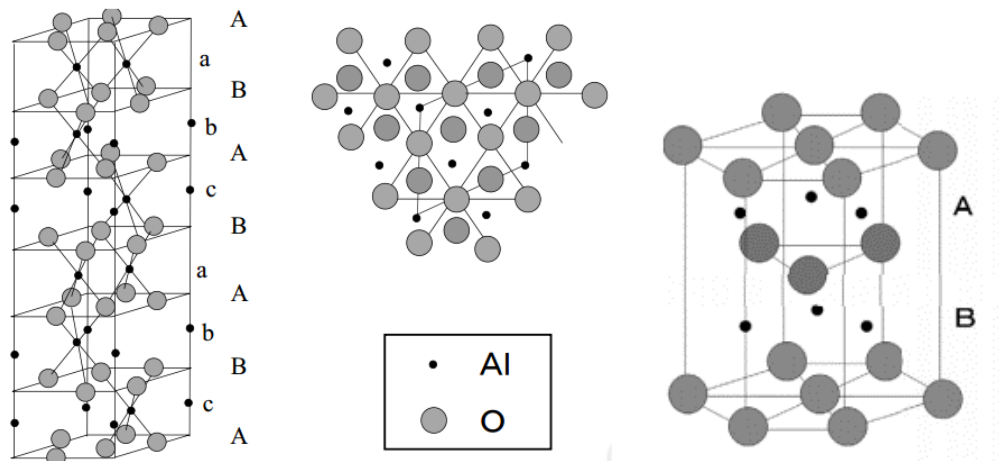
Safyro monokristalas, yra žinomas kaip korundas, kuris pasižymi dideliu kietumu (9 Mhos) [2, 3]. Taip pat safyras pasižymi didele dielektrine konstanta ir mažu dielektrinių nuostolių kampo tangentu. Dėl šių savybių, safyras yra idealiai pritaikomas elektronikos ir mikrobangų prietaisuose. Kartu su išvardintomis savybėmis, safyras pasižymi terminiu stabilumu (žr. 1 priedas) esant išskirtinai aukštai temperatūrai ($>1600^\circ\text{C}$) lyginant su kitomis optinėmis medžiagomis, o tai leidžia safyrą naudoti puslaidininkinių prietaisų gamybai. Ši medžiaga taip pat pasižymi cheminiu atsparumu bazėms, rūgštims ir kitiems tirpikliams net ir aukštesnėse temperatūrose (cheminiai reagentai esdinantys safyrą yra išlydytos druskos). Tai leidžia taikyti šią medžiagą didelio grynumo reikalaujančiuose cheminiuose procesuose, plazmos sistemose, puslaidininkinių gamyboje [2, 12, 13].

1.2. Kristalinė gardelė ir plokštumos

Kristalinė safyro gardelė yra suformuota iš Al^{3+} ir O^{2-} jonų. Jeigu O^{2-} anijonus vaizduosime kaip kamuoliukus, tuomet kristalinės gardelės narvelis vaizduojamas kaip glaudžiausias heksagoninis anijonų išsidėstymas (žr. 2 pav.). Al^{3+} katijonai yra išsidėstę kristalinės gardelės

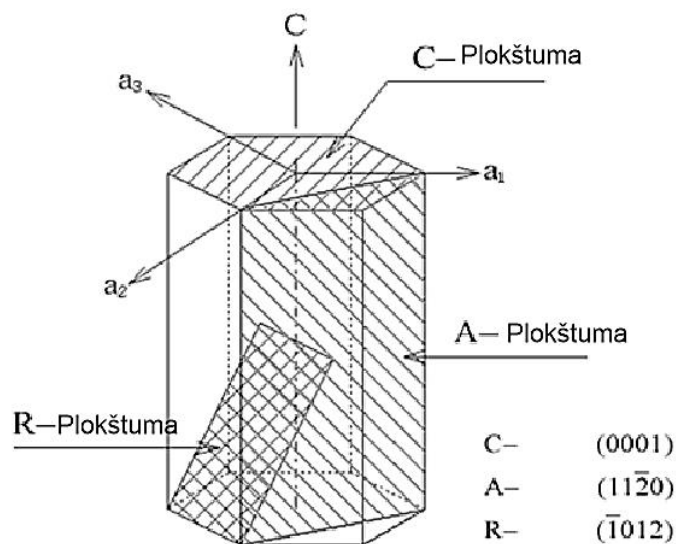
lauke be simetrijos centro (dėl kristalinės gardelės iškraipymo). Aliuminio katijonai užpildo du trečdalius tuštumų tarp glaudžiai išsidėsčiusių deguonies jonų. Taip yra dėl O^{2-} ir Al^{3+} jonų spindulio (1,4 ir 0,57 Å atitinkamai) [8].

Norint išlaikyti elektrinį neutralumą kiekvienas O^{2-} trejetas turi po du Al^{3+} jonus. Taigi katijonai užima tik du trečdalius gardelės. Toks išsidėstymas formuoja tris skirtingus aliuminio katijonų tipų sluoksnius, vadinamus a, b ir c. Periodas iš c-A į B-c suformuoja heksagoninį α - Al_2O_3 narvelį [5].



2 pav. α - Al_2O_3 struktūra. A, B deguonies jonų, a, b ir c Al jonų plokštumos. Iš kairės į dešinę: išsidėstymas plokštumomis, vaizdas iš viršaus, heksagoninė gardelė [5]

Vienos iš svarbiausių α - Al_2O_3 savybių yra gardelės kristalografiniai atstumai bei orientacijos plokštumos (žr. 3 pav.), kurios pateiktos 1 lentelėje [9].



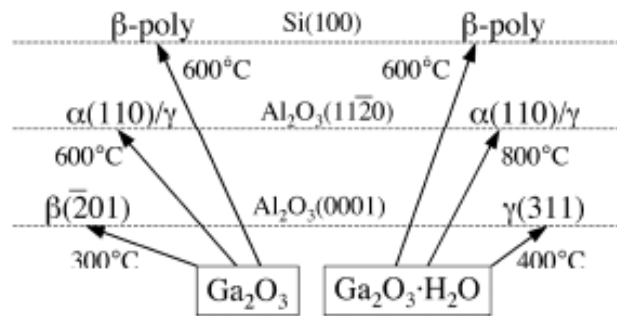
3 pav. Safyro kristalinės gardelės narvelis su atvaizduotomis plokštumomis [2]

Parinkus atitinkamos orientacijos plokštumos safyro padėklus, juos galima naudoti norint formuoti skirtingas dangas, sumažinti aktyvacinę dangų augimo energiją ir kita [10, 11].

1 lentelė. Skirtingų safyro plokštumų parametrai.

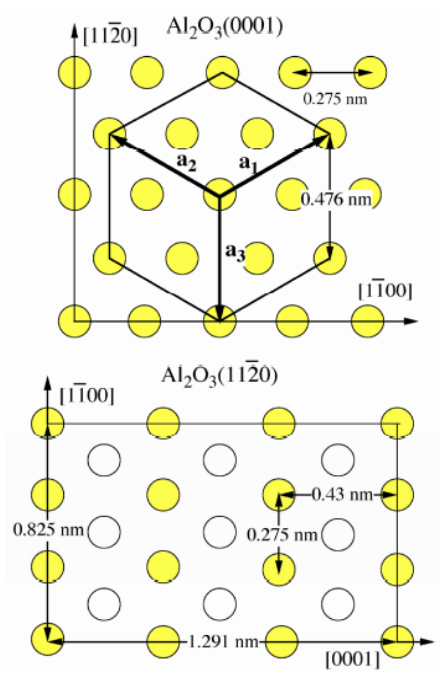
Plokštuma	C	S	M	R	A	N
Atstumas tarp plokštumų, Å	2,165	1,961	1,375	1,740	2,379	1,147
Milero indeksai	0001	1011	1040	1102	1120	1123

Kaip konkretų orientacijos įtakos pavyzdį galima pateikti Ga_2O_3 auginimą ant skirtingos orientacijos plokštumos safyro padėklų. Eksperimentiniai rezultatai parodė, kad dėl nedidelio α , β ir γ kristalinės fazės formavimosi energijų skirtumo, besiformuojančio kristalo fazėms ir grynumui didelę reikšmę turi padėklo pasirinkimas. Yra žinoma, kad norint suformuoti β - Ga_2O_3 reikalingos aukštos temperatūros. Šios temperatūros ir užuomazgų susidarymo aktyvacinis barjeras yra smarkiai sumažinamas (nuo 900 °C iki 300 °C) auginant ant C-plokštumos orientacijos safyro (žr. 4 pav.). Užuomazgų susidarymas ar kristalizacija ant A-plokštumos orientacijos safyro reikalauja aukštesnių temperatūrų [10].



4 pav. Besiformuojančios skirtingos fazės ant skirtingos orientacijos safyro padėklų [10]

Besiformuojančias skirtingas fazes lemia deguonies atomų, esančių viršutiniame sluoksnyje, skirtumas. C-plokštumos orientacijos safyro paviršius susideda iš heksagonine tvarka išsidėsčiusių deguonies atomų kurie sudaro tankų sluoksnį. Kiekvienas deguonies atomas apsuptas šešiais artimiausiais deguonies atomais 0,275 nm atstumu. Taigi viename kvadratiname nanometre yra 15,3 atomų. Palyginimui galime pažiūrėti į A-plokštumos Al_2O_3 , kuriame deguonies atomai išsidėstę stačiakampio forma (žr. 5 pav.). Čia kiekvienas deguonies atomas turi artimiausius šalia esančius du deguonies atomus nutolusius 0,275 nm atstumu ir du deguonies atomus kurie nutolę jau 0,43 nm atstumu [10]. Taigi viename kvadratiname nanometre yra tik 8,5 deguonies atomai, o tai yra beveik pusė atomų kiekio lyginant su Al_2O_3 (0001). Galime daryti išvadas, kad užuomazgų susidarymas ir kristalizacija ant A-plokštumos orientacijos safyro padėklų reikalauja aukštesnių temperatūrų, dėl retesnio deguonies atomų išsidėstymo paviršiuje [10].



5 pav. Safyro kristalo atomų išsidėstymo schema [10]

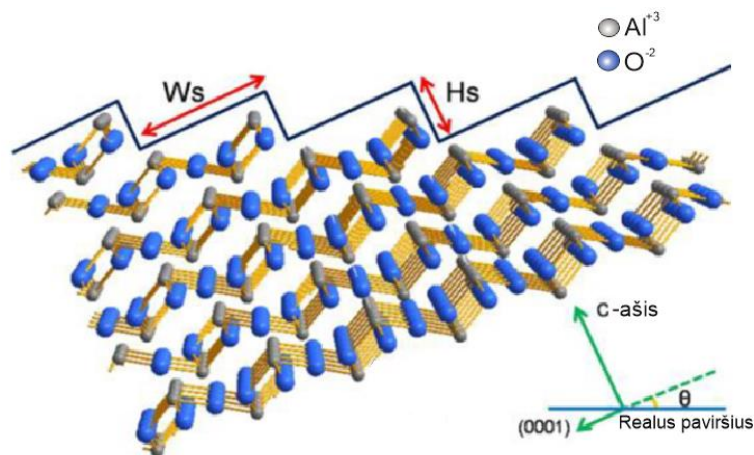
C-plokštumos orientacijos safyras pasižymi palyginti geru gardelės suderinamumu nusodinant GaN sluoksnius, metalorganiniu cheminiu garų nusodinimo (MOCVD) metodu. Lyginant su tokiomis medžiagomis kaip Si, SiC ir GaN, safyras išlieka pagrindinė medžiaga naudojama kaip padėklas GaN LED šviestukams. Safyras yra labiau tinkamas dėl savo unikalių savybių kombinacijos, nusistovėjusių didelio našumo apdirbimo technologijų ir iš dalies mažos produkcijos kainos. Taip pat safyras tenkina MOCVD procese, vykstančiame aukštoje temperatūroje ir labai reaktyvioje aplinkoje, pageidautinų naudoti padėklų savybes, tokias kaip terminis stabilumas, cheminis atsparumas ir mechaninis stiprumas. Sluoksnių auginime didėjant padėklo plokštelės diametru pagrindine problema tampa išlinkimas, kuris gaunamas dėl medžiagų terminio plėtimosi koeficiento nesutapimo tarp padėklo ir auginamo sluoksnio bei įtempių. Taigi naudojant safyro padėklus, vienas iš privalumų yra didelis jo Jungo modulis kuris leidžia sumažinti šį efektą ir naudoti plonesnius bei didesnio diametro padėklus [14].

1.3. Plokštumos svarba optikai

Safyras optiškai skaidrus 180 nm – 5500 nm šviesos bangos ilgio srityje. Ši plati skaidrumo sritis daro safyro kristalus vienus iš geriausių ir plačiai naudojamų optikoje ir mikrooptikoje. Dėl savo stabilumo jis labai atsparus optiniam poveikiui (tokiam kaip soliarizacija) [2].

Safyras dvejopai laužia šviesą, taigi taikant svarbiose ir didelio tikslumo reikalaujančiose mechaninėse ar optinėse srityse orientacija yra labai svarbi. Optiniai langai turi būti apibrėžti kaip „nulinio laipsnių“ arba C- plokštumos, tai reiškia, kad optinė medžiagos ašis turėtų būti statmena lango plokštumai [2]. Plokštelės orientacijos tikslumas taip pat yra labai svarbu, nes dėl

nedidelio (0001) plokštumos paviršiaus neatitikimo susidaro atominis laiptelis (aukštis H_s 0,216 nm). Atominis laiptelis (žr. 6 pav.) daro įtaką paviršiaus šiurkštumui, o šis savo ruožtu šviesos sklaidai [15].



6 pav. Heksagoninio safyro kristalo atominis laiptelio modelis. W_s ir H_s laiptelio ilgis ir aukštis [15]

Atsitiktine orientacine plokštuma išpjauta plokštelė bus nieko verta, nes jos orientacija dažniausiai būna nukrypusi 60° nuo optinės ašies. Toks nukrypimas stebimas, nes šia kryptimi safyras yra „minkščiausias“ pjovimui [16]. Šiuo metu optiniam paviršiui keliami aukšti reikalavimai, praėjusi ar atsispindėjusi šviesa negali būti išsklaidoma. Taip pat siekiama, kad kristalinė gardelė neturėtų iškraipymų, nes jų neturintis paviršius siejamas su ypač mažu paviršiaus šiurkštumu [2, 17].

Be orientacijos plokštumos, safyro monokristalo grynumas taip pat keičia jo savybes. Didėjant grynumui gaunamas didesnis medžiagos tankis, išauga lenkimo jėga, kietumas (žr. 2 priedas). Elastingumo modulis, šlyties modulis, gniuždymo jėga, maksimali darbinė temperatūra (be apkrovos) grynumui padidėjus nuo 94 % iki 96% nesikeičia, bet 99,5% grynumo medžiagoje jau matome šių savybių padidėjimą. Iš terminių savybių stebimas šilumos laidumo didėjimas didėjant grynumui. Taigi specifinėms safyro panaudojimo sritims reikalingas ypač didelis (99.99%) grynumas [18, 5, 19].

1.4. Apdirbimo metodai

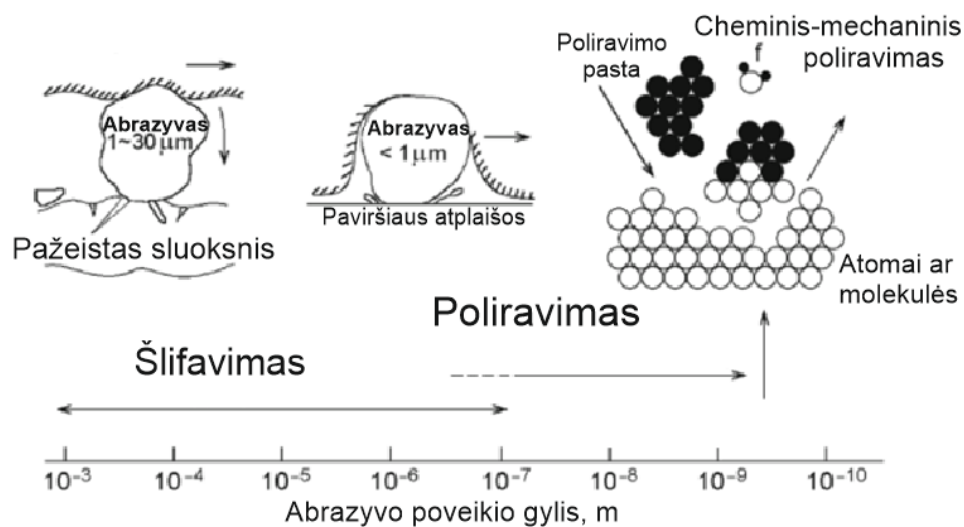
Norint užaugintą kristalo bulę paversti galutiniu kristaliniu produktu reikia pereiti ne vieną, sudėtingą ir brangų procesą. Praktika rodo, kad auginimo metu gavus aukštos kokybės kristalą (be defektų, su mažu dislokacijų tankiu) tai ne visada užtikrina, kad galutinis produktas taip pat turės tokias savybes. Apdirbimo procesas veikia ne tik paviršiaus struktūrą, bet ir netoli paviršiaus esančius kristalo sluoksnius [4].

Technologijų, kurios galėtų užtikrinti galutinių kristalo produktų parametrų atkartojamumą, atidirbimas yra sudėtingas. Pirmiausia dėl to, kad užauginus kristalo luitą tuo pačiu metodu,

tomis pačiomis sąlygomis ne visuomet yra gaunamos identiškos savybės ar kokybė. Taip pat apdirbimo proceso optimizavimas reikalauja fizikos ir chemijos žinių apie kristalo augimo mechanizmą bei įvairaus apdirbimo poveikį, netoli paviršiaus esančiam, pažeistam sluoksniui [4]. Safyro plokštelių pjovimas ir paviršiaus apdirbimas yra palyginus lėtas ir sudėtingas procesas. Dėl safyro medžiagos kietumo norint išgauti pakankamus apdirbimo greičius, dažniausiai naudojami agresyvūs abrazyvai, tokie kaip deimantas. Tačiau naudojant tokius agresyvius abrazyvus galima sukelti rimtus paviršiaus pažeidimus (žr. 7 pav.) bei užteršimą abrazyvo medžiaga [20].

Pagrindiniai plokštelių apdirbimo būdai:

- Šlifavimas;
- Poliravimas arba cheminis- mechaninis poliravimas.



7 pav. Šlifavimo ir poliravimo modelis kietoms ir trapioms medžiagoms [2]

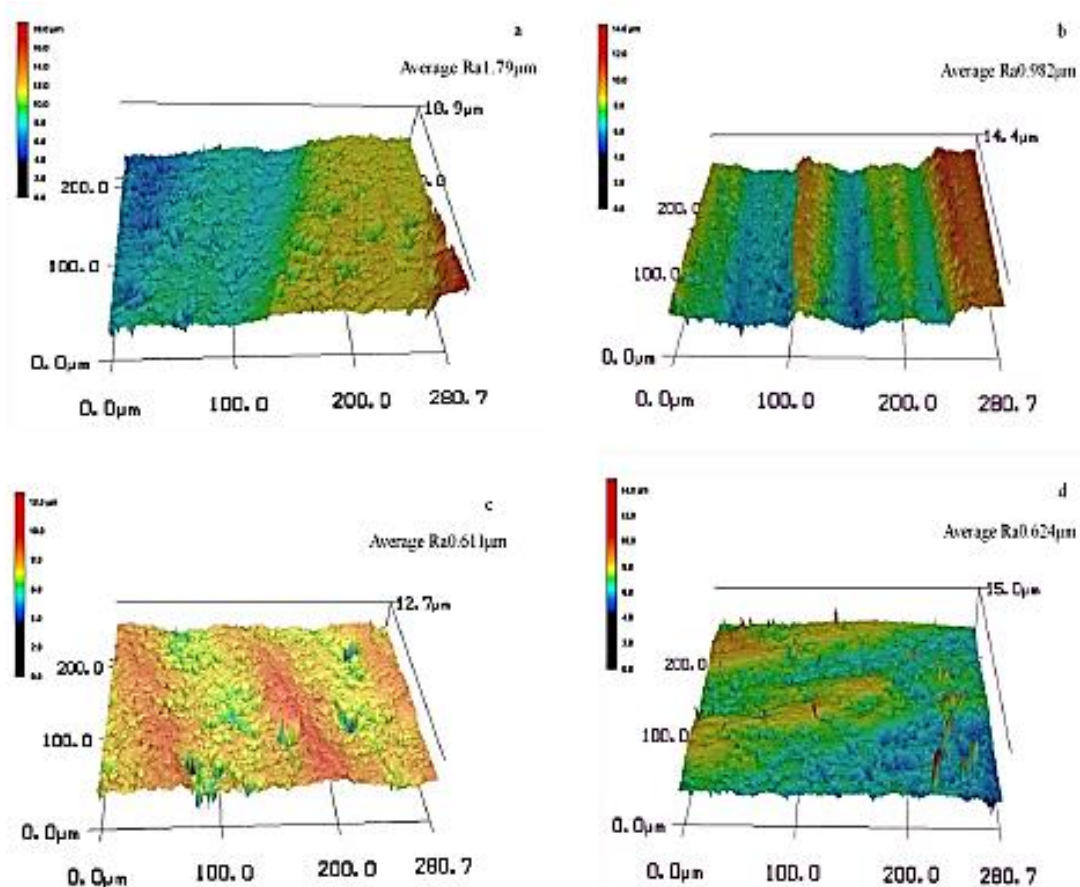
Šlifavimo procesas suteikia kristalinei bulei reikiamą formą ir dydį. Yra du šlifavimo metodai: kietasis ir elastinis. Kietajam šlifavimui įvesties parametras yra šlifavimo gylis, o išvesties parametras yra pjovimo įtempiai. Elastiniam šlifavimui įvesties parametras yra specifinė prispaudimo jėga, kuri apibūdina šlifavimo gylį ir pjovimo specifiką. Būtent šis metodas ir yra dažniausiai naudojamas safyro apdirbimui, nes gali užtikrinti geresnes ir tolygesnes pjovimo sąlygas ir nuoseklų abrazyvinių grūdelių darbą [8].

Apdirbimo metu kristalas dažniausiai yra aušinamas specialiais aušinimo skysčiais arba vandeniu. Aušinimo skysčio ir naujai suformuotų paviršiaus įtrūkimų sąveika veda prie hidrolizės produktų atsiradimo. Susiformavęs didelis kiekis atskilimų matomas kaip šiurkštus, matinis plokštelės paviršius. Paviršiaus šiurkštumas priklauso nuo naudojamo abrazyvo grūdelių dydžio bei kiekio šlifavimo disko paviršiuje, šlifavimo greičio, dažnio ir naudojamo aušinimo skysčio. Paviršiaus kitimas apdirbimo metu [8, 21]:

- Submikroninio dydžio ($\sim 0,1 \mu\text{m}$) įtrūkimų formavimasis;
- Submikroninio dydžio įtrūkimų koalescencija į mikroįtrūkimus, o tada į makroįtrūkimus;
- Makroįtrūkimų augimas iki tol kol pradeda atskilinėti fragmentai.

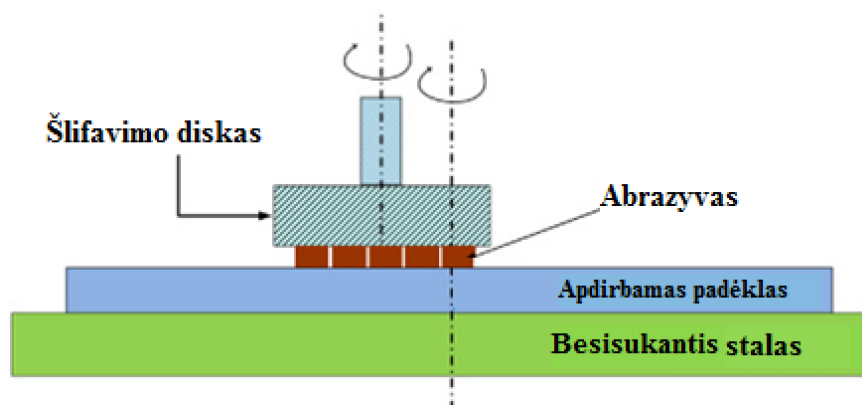
Taigi, safyro šlifavimas vyksta nuo medžiagos atsiskiriant smulkiems fragmentams, dėl periodiškai atsirandančių įtrūkimų. Įtrūkimų plėtimosi gylis priklauso nuo temperatūros kontakto srityje, šlifavimo greičio, įtempių medžiagoje, kristalo orientacijos ir kokybės, aušinimo skysčio savybių ir kita. Įtrūkimų dydis gali būti nuo šimtų Angstromų iki keleto mikronų (žr. 7 pav.). Proceso metu ploni paviršiniai sluoksniai ribojasi su apdirbamu sluoksniu ir patiria plastines deformacijas. Šių sluoksnių storis ir plastinėms deformacijoms suvartojama energija fragmento atskilimo (nutrūkimo įtempiai) metu apibrėžiama priklausomai nuo kristalo prigimties ir pažeidimo charakteristikų. Taigi, konkretus energijos suvartojimas, plastinėms deformacijoms, apdirbamos medžiagos tūrio vienetui yra proporcingas pažeistų fragmentų paviršiaus plotui. Ši energija didėja mažėjant tokių fragmentų matmenims. Atskeliant mažas medžiagos daleles plastinės deformacijos yra lemiamos [8, 21].

Safyro medžiagos apdirbimui didelį poveikį daro naudojami skysčiai. Iš atliktų tyrimu nustatyta, kad lyginant vandenį, glikolį ir etilendiaminą, geriausios paviršiaus charakteristikos (žr. 8 pav.), nekeičiant proceso parametrų, gaunamos naudojant etilendiaminą. Tai aiškinama trinties koeficiento sumažėjimu (naudojant vandenį, 3% glikolį ir 3% etilendiaminą trinties koeficientas atitinkamai 0,08/ 0,05/ 0,01, o šiurkštumas R_a atitinkamai 0,982 μm / 0,611 μm / 0,624 μm) [2].



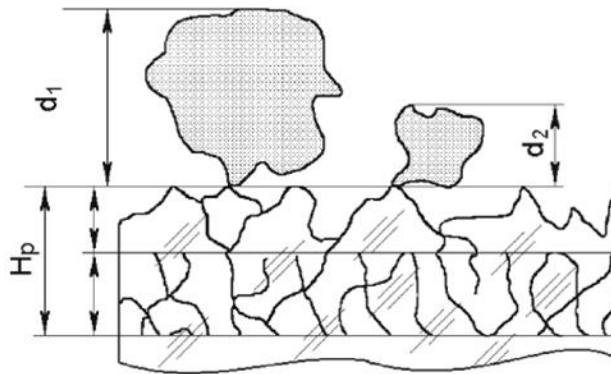
8 pav. Safyro paviršiaus 3D topografija: a) prieš šlifavimą, b) po šlifavimo vandenyje, c) po šlifavimo etilenglikolyje, d) po šlifavimo etilendiamine [2]

Kaip matome (žr. 7 pav.) pašalinant ankstesniais procesais suformuotą pažeistą sluoksnį, abrazyvo dalelės, naudojamos kiekvienai apdirbimo stadijai, dažniausiai suformuoja naujus įtrūkimus, kurie būna atitinkamai mažesni kaip ir abrazyvo dalelės [2].



9 pav. Principinė šlifavimo schema [22]

Mechaninio apdirbimo metu (žr. 9 pav.) paveiktas paviršius gali būti skirstomas į keturias zonas: viršutinis sluoksnis, smarkiai pažeistas įtrūkimais ir nuskėlimais; zonoje kurioje matomi įbrėžimai ir fiksuojamos plastinės deformacijos; tik plastinės deformacijos; liekamųjų įtempių zona [2, 22].



10 pav. Paviršiaus pažeidimų abrazyvo dalelėmis schema (H_p -pažeistas sluoksnis; d_1, d_2 – abrazyvo dalelių diametras) [2]

Švelnus šlifavimas yra tarpinis procesas kuris seka po šiurkštaus šlifavimo prieš pradėdant poliravimą. Į šiurkštų šlifavimą šis procesas panašus savo paviršiaus apdorojimo veiksmų mechanizmu. Tačiau jei atsižvelgsime į nušlifuojamos medžiagos kiekį ir apkrovą šis procesas panašesnis į poliravimą. Švelnaus šlifavimo tikslas yra paruošti paviršių poliravimui pašalinant šiurkštaus šlifavimo metu paliktą pažeistą sluoksnį (žr. 10 pav.) ir suformuoti homogeninį, mažo šiurkštumo (apie $0,14 \mu\text{m}$) paviršių kuris būtų kuo lygesnis ir kuo mažiau pažeistas [8].

1.5. Poliravimo mechanizmas

Paprastas mechaninis safyro poliravimas mažai veikia paviršių ir yra neefektyvus. Šiuo metu dažniausiai yra naudojamas mechaninis poliravimas kurio efektyvumas pasiekiamas ženkliai geresnis paviršių paveikus cheminėmis reakcijomis ir taip susiformuojant minkštesniam junginiui. Yra naudojami du poliravimo metodai: mechaninis-cheminis poliravimas (sausas) ir cheminis-mechaninis poliravimas (naudojant poliravimo pastas). Mechaninio-cheminio poliravimo privalumas yra tas, kad abrazyvo dalelės yra tvarkingai išdėstytos ir supresuotos poliravimo diske tinklelio struktūra, o tarpeliai tarp abrazyvo dalelių iškilimų yra labai naudingi norint pašalinti nupoliruotos medžiagos likučius. Visa tai leidžia išgauti geros kokybės bandinio paviršių [23, 24].

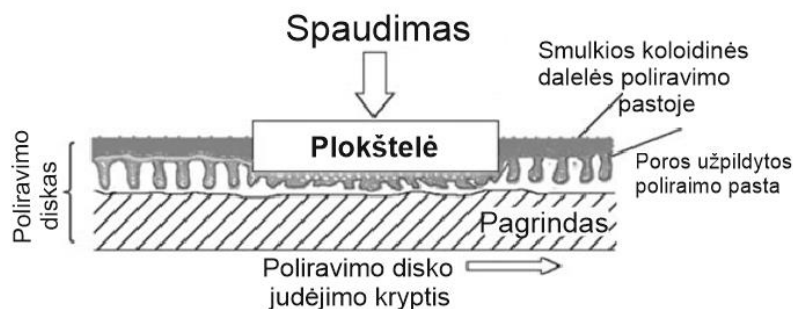
Safyro cheminis-mechaninis poliravimo procesas apima nuolatinį poliravimo pastos tiekimą ant paviršiaus ir tuo pat metu mechaninį šlifavimą, susidariusio minkštesnio paviršinio sluoksnio, besisukančiu poliravimo disku pernešant abrazyvines daleles. Poliravimo diskas juda plokštelės paviršiumi ir yra prispaudžiamas prie plokštelės tam tikra jėga (dažniausiai apie $0,63-2,5 \text{ kN}$). Safyras yra pagrindinė medžiaga naudojama LED. Plokštelės paviršiaus kokybė labai svarbi šiam pritaikymui kaip ir gilesnių sluoksnių pažeidimui. Dideliu kietumu ir terminiu atsparumu pasižymintis safyras CMP proceso metu daugelyje substancijų tampa chemiškai inertinis ir netirpus. Dėl to yra nemažai sunkumų norint išgauti didesnę poliravimo greitį ir geras

paviršiaus charakteristikas poliruoja safyro medžiagą įprastu CMP metodu. Taip pat CMP procesas reikalauja nemažai skysčių sąnaudų [20, 25].

CMP poliravimo mechanizmą galima išskirstyti į dvi dalis: mechaninio poliravimo greitį ir cheminės reakcijos greitį. Mechaninio poliravimo greitis kontroliuojamas abrazyvo dalelių dydžiu bei jų koncentracija poliravimo pastoje, bei poliravimo disko savybėmis. Poliravimo cheminėmis reakcijomis mechanizmas: vykstant cheminėmis reakcijomis (hidrolizė) tarp medžiagos paviršiuje esančio oksido sluoksnio ir vandens nutraukiami oksido ryšiai ir formuojasi sluoksnis kuris pasižymi mažesniu kietumu. Chemiškai paveiktas plokštelės paviršinis sluoksnis yra minkštesnis, todėl gali būti pašalinamas mechaniškai. Abrazyvas paveikia tik paviršinius sluoksnius ir sulygina paviršiaus reljefą likusį po šlifavimo ar mechaninio-cheminio poliravimo, nes šie apdirbimai gali palikti blankius įbrėžimus ir nežymiai įskilusį paviršių. Unikali poliravimo medžiagų ir parametrų kombinacijos gali daryti įtaką defektų kiekiui ir tankiui paviršiniuose sluoksniuose, tačiau nekeičia pačio proceso tendencijų [2, 4, 26].

Cheminis-mechaninis poliravimas pasižymi tuo, jog į poliravimo suspensiją yra įdedama specialių priemonių kurios aktyvuoja poliravimo procesą cheminių reakcijų dėka. Šiam tikslui dažniausiai naudojamas SiO_2 (koloidinis silicis). Safyru reaguojant su silicio dioksidu formuojasi aliumosilikatas. Šis reakcijos produktas yra pernešamas apdirbamos medžiagos paviršiumi poliravimo disko trinties dėka ir taip, mechaniškai veikiant abrazyvu ir reakcijos produktu, yra nušalinama medžiaga. Mechaninio ir CMP metodų palyginimui galima pateikti pvz.: naudojant poliravimo pastą su μm dydžio dalelėmis šiurkštumą galima išgauti apie $0,03\mu\text{m}$, o naudojant cheminį-mechaninį poliravimą jis nesiekia $0,01\mu\text{m}$ [2].

Kaip jau yra žinoma, safyro poliravimo efektyvumas koloidiniu silicio dioksidu vandenyje yra mažas. Sausas poliravimas SiO_2 yra efektyvesnis. Tačiau norint suformuoti ypač švelnų paviršių yra naudojamas patobulintas – CMP procesas, kur abrazyvo (SiO_2) dalelės išmaišomos šarminėje suspensijoje. Labai smulkių, silicio dioksido dalelių, suspensija tiekama ant poliravimo disko ir vos daleles pradeda veikti prispaudimo jėga (žr. 11 pav.) pasireiškia koloidiniams tirpalams būdingas geliacijos reiškinys [22].



11 pav. Poliravimo koloidiniu siliciu schema [2]

Poliravimas koloidiniu siliciu gali būti taikomas praktiškai visoms medžiagoms ir leidžia pasiekti veidrodinį paviršių be įtempimų [2].

1.6. Abrazyvo dalelių įtaka poliravimo greičiui ir paviršiaus kokybei

Tiriant magnio, silicio ir geležies oksidus paaiškėjo, jog iš visų aktyvių abrazyvų silicis pasižymi didžiausiu reaktyvumu su safyru. Naudojant poliravimo pastą su deimantinėmis abrazyvo dalelėmis galima gauti 6,63 nm paviršiaus šiurkštumą, kai tuo tarpu su Al_2O_3 abrazyvo dalelėmis šiurkštumo vertės nuo 96,89 nm sumažėja iki 2,20 nm. Tačiau geriausi rezultatai buvo gauti naudojant SiO_2 abrazyvo daleles poliravimo pastoje, šiurkštumo vertės mažesnės nei 1 nm. Lyginant su kitų tyrėjų darbais silicio dioksido abrazyvo dalelės, nors ir yra minkštesnės, formuoja lygesnį plokštelės paviršių. Tai aiškinama silicio dioksido reaktyvumu. Taigi maišant reaktyvius ir nereaktyvius abrazyvus (žr. 12 pav.) gauname didesnę poliravimo greitį nei naudojant tik reaktyvius (dėl mažo kietumo sunku mechaniškai nušalinti medžiagą) ar tik mechaniškai veikiančius (kieto safyro mechaninis poliravimas mažo efektyvumo) abrazyvus [4, 15, 25].

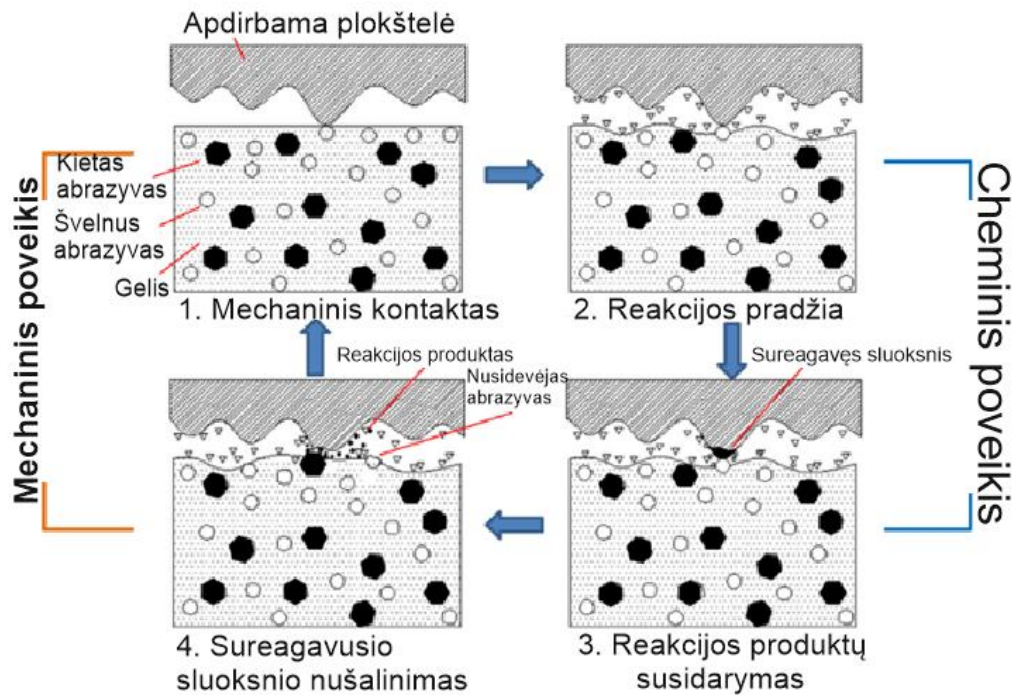
Poliravimo greitis gali būti apskaičiuojamas naudojantis formule:

$$MRR = \Delta m / \rho \pi r^2 t; \quad (1)$$

čia Δm - svorio pokytis, ρ – safyro tankis ($3,98 \text{ g/cm}^3$), r – plokštelės spindulys, t – poliravimo laikas.

Pagal atliktus eksperimentus nustatyta, kad maišant, poliravimui naudojamas, skirtingo dydžio abrazyvo daleles galime gauti daugiau nei 52,6% didesnę poliravimo greitį ir daugiau nei 21,6% sumažėjusį paviršiaus šiurkštumą [25].

Cheminės reakcijos aktyvumas priklauso nuo poliruojamo paviršiaus aktyvacijos abrazyvo dalelių perduodama mechanine energija (didelė prispaudimo jėga ir temperatūra kontakto zonoje lemia plastines deformacijas). Aktyvacijos energija pakeičia apdirbamo paviršiaus fizikines ir chemines savybes, kas leidžia ir pagreitina chemines reakcijas [2].



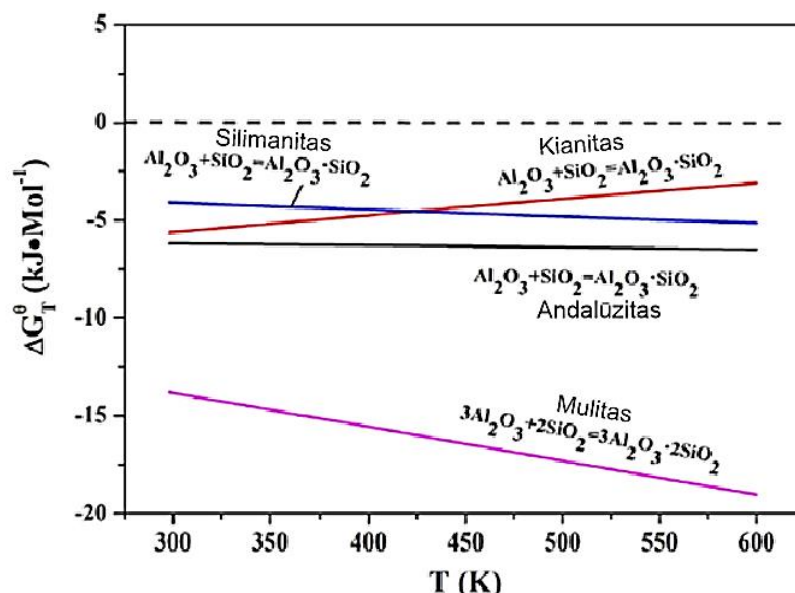
12 pav. Poliravimas su skirtingo dydžio abrazyvu [25]

Al_2O_3 ir SiO_2 reakcijos laisvoji Gibso energija gali būti apskaičiuojama pasinaudojus formule:

$$\Delta G_T^\theta = \sum(n_i \Delta G_f^\theta)_{\text{reakcijos produktas}} - \sum(m_i \Delta G_f^\theta)_{\text{reagentas}} \quad (2)$$

Susidarantys aliuminio silikatai dažniausiai būna šie: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (metakaolinas), $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (andalūzitas), $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (kianitas), $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (silimanitas) ir $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (mulitas). Pagal teorinius termodinaminius paskaičiavimus metakaolinas poliravimo sąlygomis susiformuoti negali [25].

Eksperimentai ir skaičiavimai rodo, kad termodinaminė aliuminio silikatų susidarymo tvarka 298 – 600 K temperatūrų intervale yra mulitas, andalūzitas, silimanitas ar kianitas (žr. 13 pav.) [25].



13 pav. Reakcijos tarp SiO_2 ir Al_2O_3 aktyvacijos energijos priklausomybė nuo temperatūros [25]

Iš Rentgeno fotoelektronų spektroskopijos metodu gautų spektrų galime patvirtinti, kad silicio dioksidas tikrai reaguoja su safyru (žr. 2 lentelė.) ir sudaro aliuminio silikatus [15].

2 lentelė. Ryšio energijos safyro paviršių poliruojant silicio dioksido nanodalelėmis [15].

Bandinys	Ryšio energija (eV)		
	Al2p	Si2p	O1s
Safyro paviršius poliruotas 100 nm SiO_2 poliravimo pasta	74,35	102,35	530,4
Safyro paviršius poliruotas 10 nm SiO_2 poliravimo pasta	74,35	102,3	530,4
Safyro paviršius prieš poliravimą	73,9	/	530,2
100 nm SiO_2 nanodalelės	/	102	532,3

Kadangi silicis yra minkštesnis nei safyras, poliravimas vyksta labai lėtai (0,16 nm/min). Taigi amorfinio silicio vaidmuo mechaniniame-cheminiame poliravime (MCP) atlieka tokį patį vaidmenį kaip ir rūgščių ar šarmų vaidmuo CMP procese, sukuria cheminės korozijos efektą plokštelės paviršiuje [25].

Cheminės reakcijos aktyvacijos energiją galima apskaičiuoti naudojantis formule [15]:

$$\Delta G = A + B \ln r_r; \quad (3)$$

čia G – aktyvacijos energija; r – silicio dioksido abrazyvo dalelės spindulys; A ir B – reakcijos temperatūros koeficientai.

Iš šios lygties matome, kad prie konkrečių temperatūrų, tokiais pačiais poliravimo parametrais mažinant abrazyvo dalelių dydį reikės mažesnės aktyvacijos energijos. Kuo mažesnės aktyvacijos energijos reikia cheminei reakcijai tuo ji vyks greičiau. Kuo mažesnės abrazyvo dalelės naudojamos tuo mažesnio šiurkštumo paviršius gaunamas ir tuo atominis

laiptelis (žr. 6 pav.) lygesnis. Didesnės abrazyvo dalelės stipriau veikia laiptelio kraštus todėl gaunamas nepastovus paviršiaus nuėmimas – didesnis šiurkštumas. Bandymais yra nustatyta, kad poliruojant safyrą 10 nm dydžio silicio dalelėmis gali išgauti didesnę poliravimo greitį lyginant su 100 nm dydžio silicio abrazyvo dalelėmis CMP proceso metu. Taip pat 10 nm dydžio abrazyvas taip pat gali reaguoti su safyru ir cheminės reakcijos metu formuoti aliuminio silikatus. Tačiau šiurkštumas yra mažesnis (0,06 nm) ir atominis laiptelis mažesnis. Jeigu naudotume tos pačios koncentracijos poliravimo pastą reikėtų atsižvelgti ir į tai, kad norint išlaikyti tokią pačią koncentraciją pasta su mažesnėmis abrazyvo dalelėmis jų turės daugiau. Didesnis dalelių kiekis taip pat spartina poliravimą. Poliruojant mažesnėmis abrazyvo dalelėmis šiurkštumo sumažėjimas gali būti aiškinamas taip pat ir sumažėjusiu susidariusių reakcijos produktų dydžiu. Šiurkštumo priklausomybė nuo reakcijos produktų dydžio gali būti apskaičiuojama 4 formule [4, 15].

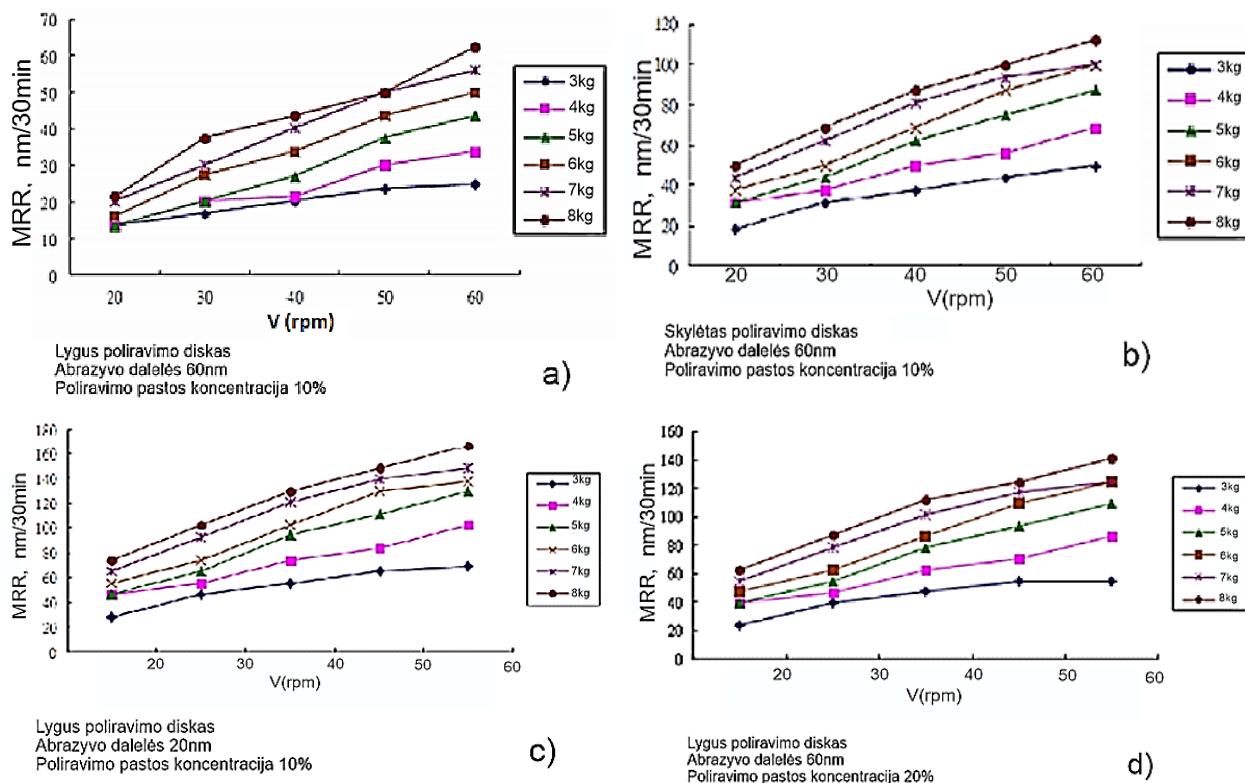
$$R_a = kf(r_p); \quad (4)$$

čia R_a – vidutinis šiurkštumas; k – koeficientas; r_p – reakcijos produkto spindulys.

Nors šiurkštumas, sumažinus abrazyvo daleles, pagerėja, tačiau norint visiškai pašalinti reakcijos produktus reikalingas ilgesnis poliravimas arba atitinkami poliravimo parametrai kurie padidina poliravimo greitį (*angl. material removal rate*) [15].

1.7. Poliravimo disko įtaka poliravimo greičiui ir paviršiaus kokybei

Poliravimo greitį lemia ne tik poliravimo pastoje esančio abrazyvo dalelės ir jų dydis bet ir poliravimo disko forma, bei jo sudėtis. Poliravimo diskas gali būti lygus arba su išraižyti tam tikru pasikartojančiu raštu. Bandymai rodo, kad naudojant poliravimo diskus su tam tikru raštu, gali gauti didesnę poliravimo greitį (žr. 14 pav.) [4, 27].



14 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo poliravimo disko sukimosi greičio esant skirtingai prispaudimo jėgai [4]

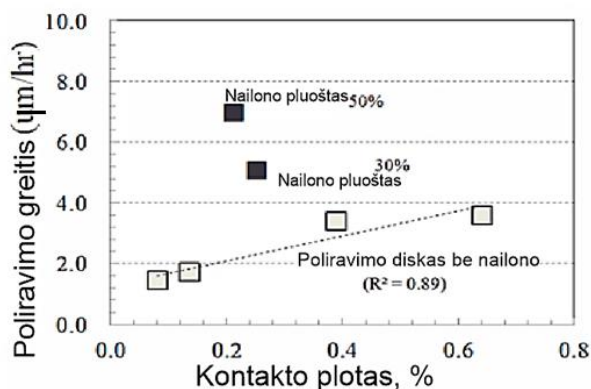
Nupoliruotas medžiagos aukštis per 30 min, gali būti apskaičiuojamas 5 formule.

$$MRR_h = K_p * P^\alpha * V^\beta; \quad (5)$$

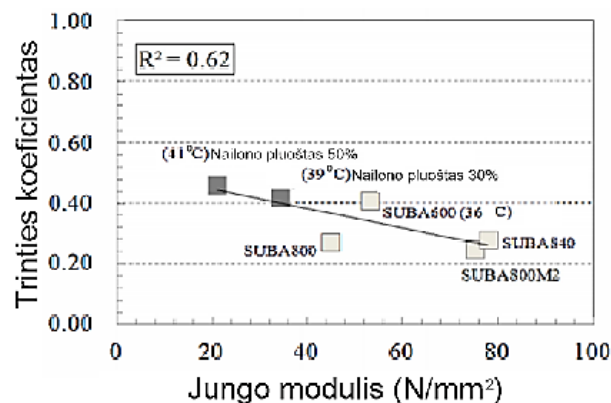
čia K_p – konstanta; P – prispaudimo jėga; V – poliravimo disko apsisukimų greitis.

Pagal sudėtį poliravimo diskus galima skirstyti į pluoštinius, uretano ir zomšo. Pluoštiniai diskai pagaminti iš poliuretano, polieterio pluošto, pasižymi vidutiniu poliravimo greičiu plokštelės ir poliravimo disko kontakto plote. Paspartinėti poliravimą galima padidinus poliravimo disko ir apdirbamos medžiagos kontaktinį plotą [1].

Standartiniai safyro poliravimo diskai buvo pluoštinio tipo, pagaminti iš poliuretano ir polieterio pluošto. Tokie diskai pasižymi vidutiniu poliravimo greičiu dėl mažesnio ploto kuriame pluoštas kontaktuoja su apdirbama medžiaga. Norint padidinti poliravimo greitį buvo išbandyti elastiniai pluoštai poliravimo diskuose. Eksperimentai parodė, jog naudojant juos išgaunamas didesnis poliravimo greitis lyginant su įprasto pluošto poliravimo diskais (žr. 15 pav.). Šio eksperimento metu įrodyta, kad Jungo modulis yra svarbus faktorius (žr. 16 pav.). Taip pat buvo nustatyta, kad uretano tipo diskai, pagaminti iš mažo Jungo modulio taip pat galėtų išgauti didesnę poliravimo greitį [1].

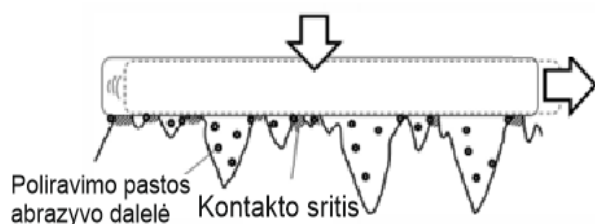


15 pav. Kontaktinio ploto įtaka poliravimo greičiui [1]

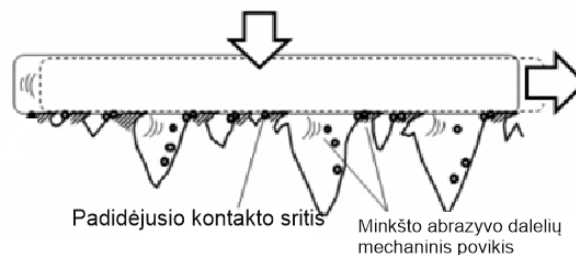


16 pav. Trinties koeficiento priklausomybė nuo poliravimo disko Jungo modulio [1]

Padidėjusį poliravimo greitį, naudojant mažesnio Jungo modulio poliravimo diskus, galima paaiškinti, darant prielaidą, kad dėl horizontalių deformacijų padidėja kontaktinis plotas (žr. 17 pav., 18 pav.), taigi spėjama, jog didesnis kiekis poliravimo pastoje esančių abrazyvo dalelių efektyviai perstumiamos prie apdirbamo paviršiaus [1, 28].



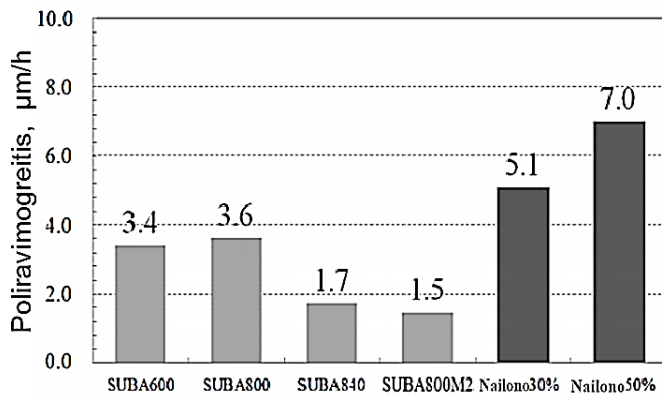
17 pav. Standartinis diskas poliravimo metu [1]



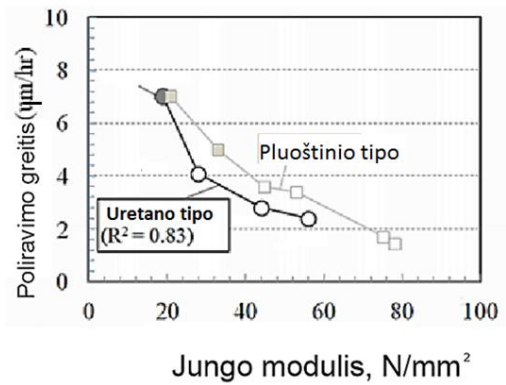
18 pav. Mažo Jungo modulio diskas poliravimo metu [1]

Nailono pluošto kiekis poliravimo diske taip pat padidina poliravimo greitį (žr. 19 pav.). Tai aiškinama tuo, kad nailonas pasižymi hidrofiliskumu, o tai pagerina poliravimo pastos tiekimą į poliravimo disko paviršių. Naudojant nailoninio pluošto diskus, kontaktinis plotas mažesnis, tačiau trintis didesnė.

Mažėjant poliravimo disko Jungo moduliui didėja poliravimo greitis lyginant su kitais uretano diskais. Tokia pati poliravimo greičio priklausomybė stebima pluoštiniuose diskuose. Lyginant vienodo Jungo modulio diskus, pluoštiniai diskai pasižymi nežymiai didesniu poliravimo greičiu nei uretano tipo diskas (žr. 20 pav.). Iš to yra sprendžiama, kad struktūros skirtumai taip pat gali daryti įtaką poliravimo greičiui ir poliravimo pastos išlaikymui poliravimo diske. Taigi mažėjant Jungo moduliui didėja poliravimo greitis. Ir šios savybės keitimas yra efektyvesnis nei poliravimo disko medžiagos kietumo modifikavimas.



19 pav. Poliravimo greičio palyginimas naudojant skirtingus poliravimo diskus [1]



20 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo uretano tipo poliravimo disko Jungo modulio [1]

19 pav. ir 20 pav. poliravimo sąlygos: prispaudimo jėga 500gf/cm^2 ; 130/140 rpm poliravimo disko/plokštelės sukimosi greičiai; poliravimo pastos srautas 300 ml/min ; poliravimo laikas 30min.

Teoriškai naudojant uretano tipo diskus su mažu Jungo modulių taip pat galima padidinti poliravimo greitį. Tačiau uretano tipo poliravimo diskus tikslingiau naudoti sudėtingesnėse sąlygose, nes dėl neištisinės struktūros mažesnė paviršiaus įstiklinimo rizika [1, 28].

1.8. Plokštelės paviršiaus charakteristikų priklausomybė nuo technologinių parametru

Nors ir atrandama vis daugiau būdų kaip padidinti poliravimo greitį keičiant poliravimui naudojamas medžiagas (poliravimo pastas ir diskus), šiuo metu labiau nagrinėjami proceso parametrai, nes jie daro didesnę poveikį. Poliravimo spartą lemia cheminės reakcijos, kuri vyksta dėl trinties tarp safyro ir SiO_2 abrazyvo dalelių, greitis. Cheminės reakcijos greitį galime paveikti keičiant ne tik poliravimo pastos sudėtį, poliravimo disko sudėtį ar formą, bet ir tokius technologinius parametrus kaip prispaudimo jėgą, poliravimo disko ir plokštelės laikiklio sukimosi greičius, tiekiamą poliravimo pastos kiekį bei poliravimo laiką [1, 4].

CMP proceso metu naudojamas prispaudimo jėga perduodama poliravimo disko – plokštelės – abrazyvo kontakto sritims. Galima išskirti į plokštelės – abrazyvo kontaktą, kitaip dalelių kontaktą ir poliravimo disko – plokštelės kontaktą (tiesioginį). Dalelių kontaktas veiksmingas procesas medžiagos poliravimui, kuomet tiesioginis kontaktas neefektyvus, dėl minkštesnės, už plokštelę, disko medžiagos. Medžiagos poliravimo greitis gali būti padidintas sumažinant tiesioginio kontakto dedamąją [2, 29, 31].

Priklausomai nuo safyro plokštelės orientacinės plokštumos, kitus parametrus laikant pastoviai ir keičiant tik prispaudimo jėgą galime gauti skirtingus nušalinimo greičius (žr. 3 lentelė.) [2].

3 lentalė. Safyro apdirbimo greitis (mm/h) priklausomai nuo abrazyvo ir apkrovos [2].

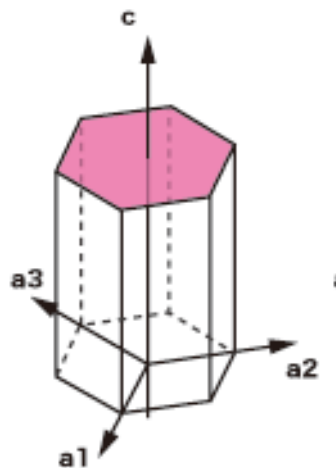
Bandino charakteristikos		Abrazyvo charakteristikos					
		Laisvas abrazyvas, boro karbidas N4			Įtvirtintas abrazyvas ACM80/63		
Plokštuma	Gardelės konstanta d (Å)	Apkrova x 10 ⁻² (kg/mm ²)					
		3	5	7	11	2,2	5
(0001)	2,165	1,97	2,52	3,48	3,84	2,12	7,12
{10 $\bar{1}$ 2}	3,479	2,49	3,38	4,22	3,76	6,23	17,8
{10 $\bar{2}$ 0}	2,379	3,45	4,83	6,48	7,83	2,31	8,29
{11 $\bar{2}$ 0}	1.374	3,26	4,97	7,48	8,11	3,59	11,8

Poliravimo procese keičiant tik poliravimo disko ar apdirbamos plokštelės sukimosi greitį taip pat matomas poliravimo greičio didėjimas [4, 30].

Bet kokie plokštelės, naudojamos kaip padėklas GaN dangai auginti, paviršiaus mikrodefektai smarkiai veikia auginamos dangos kokybę. Taigi padėklo plokštumos ir paviršiaus kokybė yra pagrindinis dalykas norint formuoti aukštos klasės gaminius. CMP metodas yra naudojamas kaip vienas iš efektyviausių ir greičiausių poliravimo procesų norint gauti lygų safyro paviršių. Keičiant poliravimo proceso parametrus ir naudojamas poliravimo medžiagas galima valdyti poliruojamo bandinio paviršiaus charakteristikas bei poliravimo greitį. Tačiau safyro plokštelių CMP procesas vis dar turi neišspręstų teorinių ir techninių problemų. Safyro medžiagos paviršiaus charakteristikos apsunkina šio proceso efektyvumą ir našumą. Nors šiuo metu yra gaunama aukštos kokybės gaminiai, tačiau procesas gali būti toliau tobulinamas plačiau nustatius poliravimo parametrų ir medžiagų poveikį apdirbamoms plokštelėms.

2. MEDŽIAGOS IR TYRIMŲ METODAI

Magistrinio darbo metu buvo tiriamos C – plokštumos orientacijos (žr. 21 pav.), didelio 99.996 % grynumo safyro plokštelės, kurios apdirbamos „Rokor“ įmonėje įsikūrusioje Terminalo g. 5, Biruliškių k., Karmėlava, Kauno rajonas.



21 pav. Safyro kristalo schema su pažymėta C (0001) plokštuma [32]

Šioje įmonėje gaminamoms plokštelėms keliami reikalavimai pateikiami 4 lentelėje.

4 lentelė. Safyro plokštelių specifikacijos.

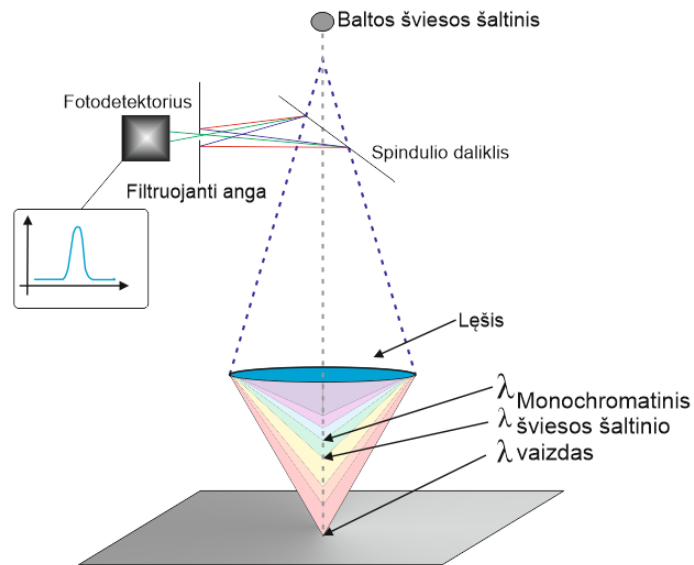
Parametras	Vertė
Medžiaga	99,996% safyras
Paviršiaus plokštumos orientacija	C plokštuma (0 0 0 1) : C į A (11 $\bar{2}$ 0) — $0^{\circ} \pm 0.1^{\circ}$ C į M (10 $\bar{1}$ 0) — $0.3^{\circ} \pm 0.1^{\circ}$
Nuopjovos ilgis	57.5 ± 2.5
Nuopjovos orientacija	A (11 $\bar{2}$ 0) $\pm 0.2^{\circ}$
Storis (efektyvaus ploto: neįskaitant 2 mm nuo krašto)	$1000 \pm 20 \mu\text{m}$
Skersmuo	$150 \pm 0,2 \text{ mm}$
Šiurkštumas (R_a) – darbinės pusės (efektyvaus ploto: neįskaitant 2 mm nuo krašto)	$\leq 0,3 \text{ nm}$
Šiurkštumas (R_a) – apatinės pusės (efektyvaus ploto: neįskaitant 2 mm nuo krašto)	$0,4 \sim 1.2 \mu\text{m}$
TTV (efektyvaus ploto: neįskaitant 2 mm nuo krašto)	$\leq 5 \mu\text{m}$
Išlinkimas (<i>angl. Bow</i>)	$\leq 10 \mu\text{m}$
Iškrypimas (<i>angl. Warp</i>)	$\leq 15 \mu\text{m}$

Šioje įmonėje esančia įranga, kuri yra žinoma, tačiau konfidencialumo sumetimais atskleisti negalima, buvo išmatuoti plokštelių geometriniai matmenys bei kristalinės gardelės orientacija.

2.1. Geometrijos matavimo įranga

Veikimo principas paremtas šviesos savybėmis. Baltos šviesos šaltinis pereina šviesos daliklį. Vienas pluoštas keliauja į daviklį, o kitas iki optinio elemento (lęšio) kuris skirtingo

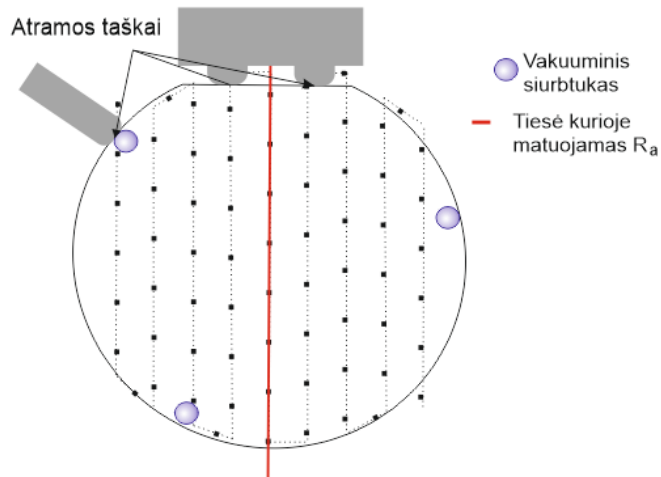
bangos ilgio šviesą fokusuoja skirtingame aukštyje. Taigi remiantis atspindėtos šviesos bangos ilgiais galima gana tiksliai nustatyti atstumus tarp jutiklio ir bandinio.



22 pav. Principinė geometrijos matavimo įrenginio schema

Ši įranga sudaryta iš labai tikslaus koordinacinio x, y staliuko, plokštelių laikiklio ir dviejų konfokalinių chromatinų jutiklių (žr. 23 pav.). Kiekvieną kartą įsijungus įrenginys automatiškai susikalibruoja pagal standartinio storio etaloną ir taip yra užtikrinamas įrangos matavimų tikslumas. Norint išmatuoti plokštelę ji padedama ant specialaus laikiklio ir jos padėtis fiksuojama trimis vakuuminiais siurbtukais. Vienas konfokalinis chromatinis jutiklis yra virš plokštelės, o kitas – po plokštele. Optiniai jutikliai savo padėties nekeičia, juda tik staliukas su laikoma plokštele (žr. 22 pav.). Abu jutikliai matuoja atstumą iki plokštelės paviršiaus esant pastoviam dažniui. Matavimo taškų skaičius (šio darbo metu buvo matuojami 32 taškai) priklauso nuo konkrečios pasirinktos parametrų konfigūracijos:

- Jutiklių greitis (standartinis 200 mm/s);
- Jutiklių dažnis (standartinis 4000 Hz);
- Matavimo žingsnis (standartinis 5 mm);
- Skenavimo ilgis (priklauso nuo bandinio dydžio, maksimali vertė 160 mm);
- Dėl laikiklio ypatybių (vakuuminių siurbtukų ir atramos taškų) plokštelė nėra matuojama 4 mm nuo krašto.



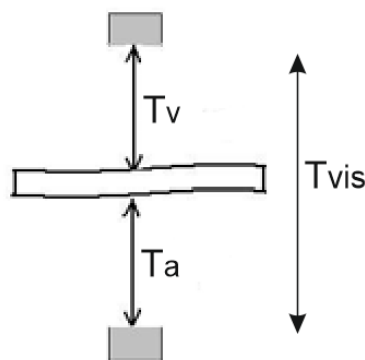
23 pav. Plokštelės tvirtinimas ir matavimo taškai

Matuojami parametrai: TTV, išlinkimas (*angl. Bow*), iškrypimas (*angl. Warp*), storis, šiurkštumas. Išlinkimas, iškrypimas visada matuojama naudojant visus matuotus taškus.

Storis ir bendras storio nuokrypis (TTV) apskaičiuojami pasirinktinai, naudojant visus taškus arba penkis taškus. Atstumas tarp jutiklių yra žinomas, išmatavus atstumus nuo jutiklių iki bandinio galima apskaičiuoti bandinio storį naudojantis 6 formule. TTV – didžiausių ir mažiausių storio verčių skirtumas. Išlinkimas – atstumas nuo centrinio taško iki atskaitos plokštumos.

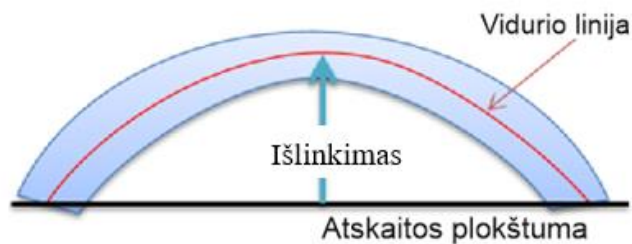
$$T = T_{vis} - (T_v + T_a); \quad (6)$$

čia T – storis; T_{vis} – atstumas tarp jutiklių; T_v – atstumas tarp viršutinio jutiklio ir bandinio; T_a – atstumas tarp apatinio jutiklio ir bandinio.



24 pav. Plokštelės storio matavimo schema

Išlinkimas – tai atstumas nuo centrinio taško iki atskaitos plokštumos (žr. 25 pav.).

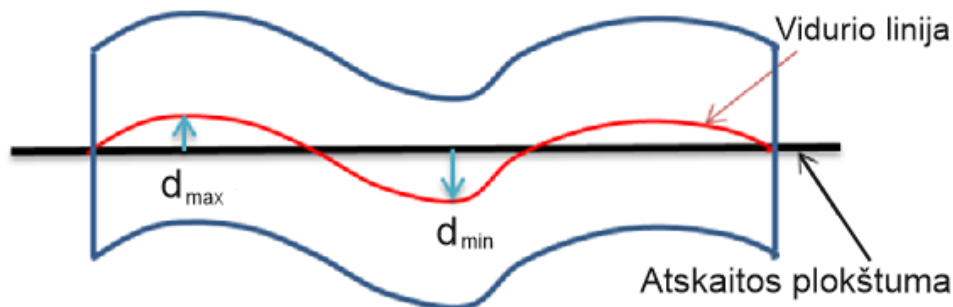


25 pav. Išlinkimo matavimo schema

Iškrypimas – skirtumas tarp maksimumų ir minimumų atstumų iki vidurinės menamos paviršiaus atskaitos plokštumos (žr. 26 pav.). Atskaitos plokštuma apskaičiuojama pagal vidutinį bandinio storį, viršutinį ir apatinį paviršių.

$$Warp = |d_{min}| + |d_{max}|; \quad (7)$$

čia d_{min} – atstumas tarp minimumo ir atskaitos plokštumos; d_{max} – atstumas tarp maksimumo ir atskaitos plokštumos.



26 pav. Iškrypimo matavimo schema

Paviršiaus šiurkštumas matuojamas sulėtėjus matavimo greičiui (norint išlaikyti tikslumą) ir tik tiese einančia per bandinio centrą.

Prietaiso matavimų tikslumas:

- Koordinacinio stalo tikslumas $x, y = 5 \mu\text{m}$;
- Jutiklio rezoliucija $z = 60 \text{ nm}$;
- Jutiklių dinaminis intervalas $2000 \mu\text{m}$;
- Storio tikslumas $200 \text{ nm} \pm 100 \text{ nm}$;
- TTV, išlinkimas, iškrypimas $300 \text{ nm} \pm 100 \text{ nm}$;
- Šiurkštumo matavimo nuokrypis kuomet šiurkštumas $0,8 \mu\text{m} (R_a \text{ ir } R_z) \pm 3 \%$;
- Šiurkštumo matavimo riba 30 nm .

Matuojamų bandinių ribos:

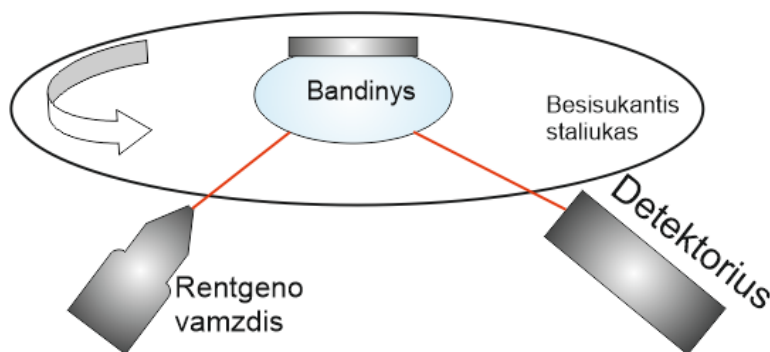
- Minimalus diametras 2“ (apie $50,80 \text{ mm}$);
- Maksimalus diametras 6“ (apie $152,40 \text{ mm}$);

- Stačiakampės plokštelės 80mm x 50mm – 150mm x 110mm;
- Storis minimalus apie 300, maksimalus apie 1500 μm .

2.2. Rentgeno spindulių difraktometras

Bandinių orientacijai išmatuoti buvo naudojamas konfidencialumo sumetimais konkrečiai neįvardijamas rentgeno spindulių difraktometras.

Rentgeno spinduliuotė yra elektromagnetinės bangos, kurių ilgis yra artimas atstumams tarp atomų medžiagoje. Difraguosios bangos nuo skirtingų atomų, gali interferuoti viena su kita ir taip kurti intensyvumo pasiskirstymą, priklausantį nuo sąveikos proceso. Jei atomai yra išsidėstę tvarkingai kristale, difragavusios bangos turės interferencijos maksimumus.



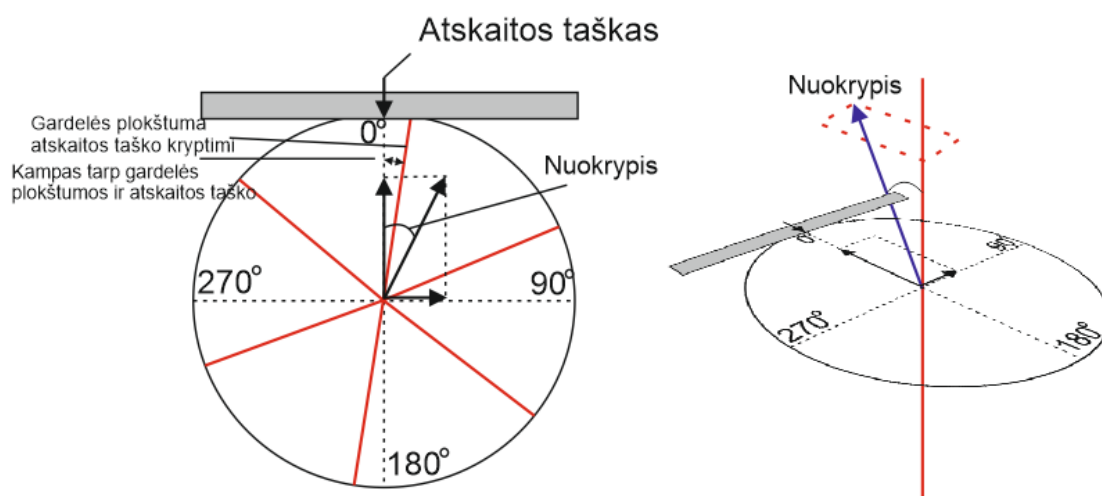
27 pav. Rentgeno spindulių difraktometro matavimo schema

Kristalinio bandinio orientacija nustatoma iš rentgeno spindulių atspindžio pozicijos matuojant per vieną ar kelis matavimo apsisukimus (omega ciklus). Rentgeno spinduliai, atsižvelgiant į besisukančio staliuko sukimosi ašį, pasiekia bandinį fiksuotu kampu (žr. 27 pav.). Per vieną besisukančio staliuko apsisukimą nuo konkrečios gardelės plokštumos rentgeno spindulių pluoštas yra atspindimas du kartus. Kiekvieną kartą gardelės plokštuma sudaro 45° kampą su fiksuojamomis plokštumomis. Abi atspindžio pozicijos yra simetriškos plokštumai, kurioje yra rentgeno spindulių pluoštas ir sukimosi ašis. Detektoriaus jėgimo plyšys yra sureguliuotas taip, kad į jį patektų ir būtų registruojami tik naudingi atspindžiai. Toks matavimo metodas yra angliškai vadinamas „*Omega-Scan Method*“.

Omega-skenavimo metodas reikalauja specialios geometrijos (rentgeno vamzdžio ir detektoriaus kampų, jėgimo plyšių kampų) konkrečiam kristalo tipui ir orientacijai. Iš anksto žinant kokia medžiaga bus matuojama šie kampai nustatomi automatiškai. Tačiau dėl mažo leistino nuokrypio diapazono rezultatai gali būti klaidinantys kuomet bandinio orientacija smarkiai nutolusi nuo leidžiamų ribų.

Įdėjus plokštelę matavimas buvo pilnai automatizuotas. Staliuko ant kurio yra bandinys, apsisukimo metu yra fiksuojamos dviejų detektorių intensyvumo diagramos. Omega-skenavimo

metodas sudaro galimybes greitam (10 s) ir didelio tikslumo orientacijos ir nuokrypio matavimams. Nustatant bandinio orientaciją, fiksuojamas nuokrypis dvejomis kryptimis (lygiagrečiai 0° ir statmenai 90°). Standartiniai matavimo parametrai 30 kV, 1 mA, vienas apsisukimas.



28 pav. Matuojamų parametru principinė schema

Matuojami parametrai:

- Nuokrypis (*angl. Tilt*) – pagrindinės ašies nuokrypis laipsniais (diapazonas $\pm 2^\circ$, tikslumas $\pm 0,004^\circ$);
- Nuokrypio kryptis (*angl. Tild Direction*) – nuokrypio azimutas į atskaitos plokštumą (diapazonas $\pm 180^\circ$, tikslumas $\pm 0,2^\circ$);
- Comp 0 – nuokrypio dedamoji atskaitos plokštumos kryptimi (diapazonas $\pm 2^\circ$, tikslumas $\pm 0,004^\circ$);
- Comp 90 – nuokrypio dedamoji 90° nuo atskaitos plokštumos krypties (diapazonas $\pm 2^\circ$, tikslumas $\pm 0,004^\circ$);
- *Ref offset* – kampas tarp nuopjovos plokštumos ir atskaitos plokštumos kryptių (diapazonas $\pm 180^\circ$, tikslumas $\pm 0,04^\circ$);
- *Ref Direction* – gardelės plokštuma atskaitos taško kryptimi.

2.3. Rentgeno spindulių difraktometras „D8 DISCOVER Bruker“

Rentgeno spinduliuotės difrakcinė analizė – tai neardomasis dangų tyrimo metodas, kurio dėka galima apibūdinti kristalinę medžiagos struktūrą, identifikuoti cheminius junginius bei jų atmainas, defektus. Plonasluoksnių bandinių, didelės skiriamosios gebos, automatinis rentgeno spindulių difraktometras kartu su valdymo, matavimo ir duomenų apdorojimo programine įranga

yra tinkamas visų tipų kietoms medžiagoms tirti. Matavimams buvo pasirinktas „D8 ADVANCE priedas D8 DISCOVERY, Bruker“.

Rentgenostruktūrinei analizei daugiausia naudojami 0,5÷2,5 Å ilgių būdingieji rentgeno spinduliai. Rentgeno spinduliuotė yra elektromagnetinės bangos, kurių ilgis yra artimas atstumams tarp atomų medžiagoje. Taigi XRD analizė remiasi difrakcija bei interferencija. Difrakavusios bangos nuo skirtingų atomų, gali interferuoti viena su kita ir taip kurti intensyvumo pasiskirstymą, priklausantį nuo sąveikos proceso. Jei atomai yra išsidėstę tvarkingai kristale, difrakavusios bangos turės interferencijos maksimumus. Nustačius difrakcinį vaizdą galima padaryti išvadą apie medžiagoje esančių atomų pasiskirstymą. Smailės, esančios rentgeno spindulių difrakcijos vaizde, yra tiesiogiai susijusios su atominiais atstumais. Kritęs rentgeno spindulys sąveikauja su periodiškai išsidėsčiusiais atomais.

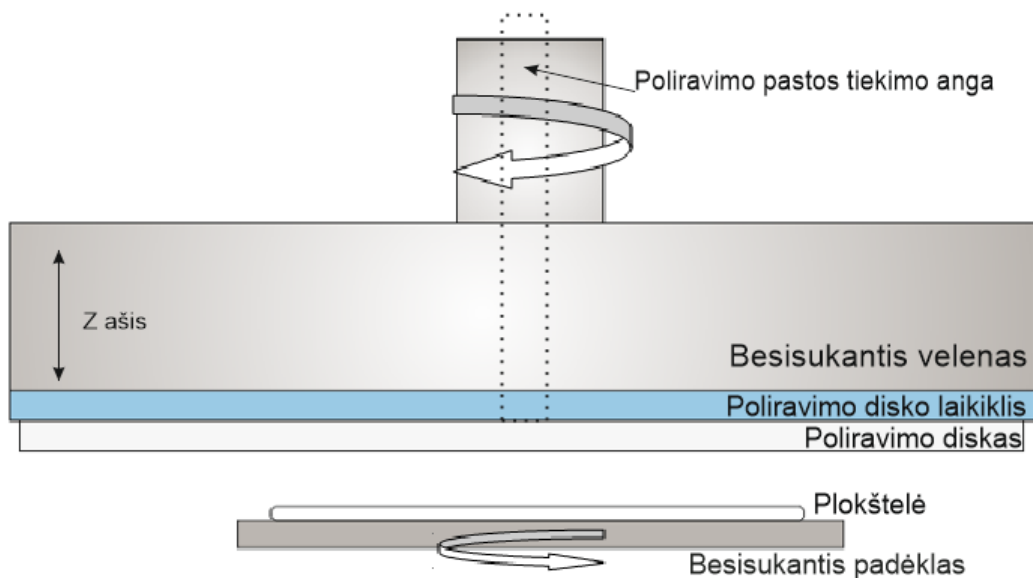
Kokybinė fazinė XRD analizė grindžiama kiekvienai fazei ar junginiui būdinga kristaline gardele su tam tikrais ją nusakančiais parametrais. Reikia pabrėžti, jog didėjant fazės kiekiui, didėja ir jai būdingo difrakcinio maksimumo intensyvumas.

Rentgeno spinduliuotės pluoštelis krinta į polikristalinį bandinį kampu θ , o difrakciniai maksimumai užrašomi kampu 2θ , t. y. rentgeno spinduliuotės detektoriaus judesio kampinis greitis yra du kartus didesnis nei bandinio sukimosi greitis.

Specifikacija: 2,2 kW rentgeno spindulių vamzdis su Cu anodu; lygiagrečių spindulių pluošteliu/Bragg-Brentano geometrija; Giobelio veidrodis, 2xGe(022) kristalų monochromatorius; rotorinis absorberis, taškinis scintiliacinis detektorius; 1D „LynxEye“ detektorius, Eulerinis (X, Y, Z, Psi, Phi) bandinių laikiklis; Chi ir Xi motorizuotas pozicionavimo stalelis; reflektometrijos priedas; motorizuoto plyšio priedas; „PATHFINDER“ optika.

2.4. Poliravimo įranga

Poliravimo įrangos veikimo mechanizmas paremtas cheminėmis reakcijomis ir mechaniniu poveikiu. Bandymai buvo atliekami poliravimo mašinai dirbant osciliuojančios prispaudimo jėgos režimu, kuomet plokštelė yra vakuumu prisiurbama ant besisukančio padėklo ir iš viršaus yra spaudžiama (z ašimi) besisukančiu poliravimo disku per kurio centrą tiekama poliravimo pasta.



29 pav. Poliravimo proceso schema

Poliravimo pasta sąveikauja su bandinio paviršiumi, sudaro minkštesnius junginius, kurie abrazyvo dalelių mechaniniu poveikiu yra nušalinami nuo paviršiaus (žr. 29 pav.). Viso proceso metu prispaudimo jėgos vertės osciliuoja. Prispaudimas didinamas kol pasiekiamą užduota vertė ir ją peržengus prispaudimas mažinamas, taigi dirbama kintamos prispaudimo jėgos režimu. Kadangi magistrinio darbo metu buvo tiriama proceso parametrų įtaka bandinio charakteristikoms konkrečios poliravimo parametrų vertės buvo keičiamos ir yra pateiktos rezultatuose.

Parametrai kurie nebuvo keisti:

- Poliravimo disko sukimosi greitis 505 rpm;
- Padėklo sukimosi greitis -500 rpm (minuso ženklas rodo priešingą sukimosi kryptį);
- Poliravimo disko judėjimo z ašimi greitis 0,5 $\mu\text{m/s}$.

2.5. Profilometras

Magistrinio darbo metu norint nustatyti plokštelių šiurkštumą buvo naudojamas „Ambios technology XP-200“ profilometras esantis Lietuvos energetikos instituto, vandenilio energetikos technologijų centre. Gauti duomenys apdirbami „Xp-plus stylus profilometer“ programa.

Nurodžius tiriamos atkarpos ilgį bei kontaktinę jėgą, adatėlė nuleidžiama ant bandinio ir juda jo paviršiumi. Veikimo principas: adatėlės vertikali padėtis generuoja analoginį signalą, kuris kovertuojamas į skaitmeninį signalą, o šis išsaugomas ir analizuojamas specialia programa bei pateikiamas kaip rezultatas. Adatėlės spindulio intervalas kinta nuo 20 nm iki 25 μm .

Užduoti parametrai:

- Matavimo atkarpos ilgis 30 μm ;

- Matavimo greitis 0,01 mm/s;
- Matavimo režimas: Step up/Down;
- Diapazonas: 10 μm;
- Prispaudimo jėga: 10 mg.

Programa apskaičiuoti parametrai:

R_a – vidutinis šiurkštumas arba aritmetinis vidutinis profilio nuokrypis nuo vidurio linijos ir vaizduojamas amplitudės pasiskirstymo funkcija (APF).

$$R_a = (|Z_1| + |Z_2| + |Z_3| \dots + |Z_N|)/N; \quad (8)$$

čia Z – zondo aukščio padėtis; N -matavimo taškų skaičius.

R_q arba *RMS* - vidutinis kvadratinis šiurkštumas, tai statistinis parametras, kuris nusako APF plotį, kuo APF platesnė, tuo šiurkštesnis yra paviršius ir didesnis R_q . Paviršiaus profilio kvadratinis nuokrypis nuo vidutinės vertės.

$$R_q = [(Z_1^2 + Z_2^2 + Z_3^2 \dots + Z_N^2)/N]^{1/2}; \quad (9)$$

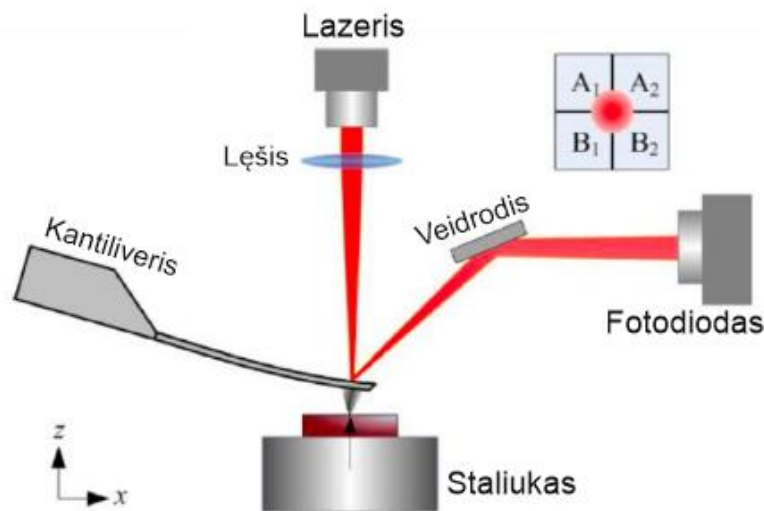
čia Z – zondo aukščio padėtis; N -matavimo taškų skaičius.

5 lentelė. Profilometro techniniai duomenys [32].

Parametras	Vertė
Profilio duomenų taškai	120,000
Skenavimo ilgis	55 mm
Maksimali z riba	1,2 mm
Tolygaus triukšmo aukštis	0,38 Å
Žingsnio aukščio atsikartojamumas	0,1 %
Minimali skiriamoji geba	10 Å
Prispaudimo jėga	0,03 mg – 10 mg

2.6. Atominių jėgų mikroskopas

Atominės jėgos mikroskopija (AJM) (angl. *atomic force microscope* – AFM) – viena skenuojančiojo zondo mikroskopijos rūšių, plačiausiai taikoma nanoinžinerijoje, biologijoje, plonų sluoksnių tyrimuose, lazerinėse technologijose, medžiagotyroje ir kitose srityse, kur reikalinga paviršiaus nanoanalizė (žr. 30pav.).



30 pav. AJM principinė veikimo schema [26]

Atominių jėgų mikroskopu matuojama sąveikos jėga tarp zondo ir bandinio, esančio ant pjezokeramikinio padėklo, paviršiaus. Zondui kontaktuojant su paviršiumi, gembė išlinksta, dėl atomų tarpusavio sąveikos. Iš išlinkimo dydžio galima spręsti, kokia jėga zondas sąveikauja su paviršiumi. Gembės išlinkimas fiksuojamas optiniais metodais. Lazerio spindulys nukreipiamas į zondo galą nuo kurio atsispindėjęs patenka į fotodetektorių, kurio signalas perduodamas į stiprintuvą.

AJM gali dirbti pagal tris režimus:

- Kontaktinį (angl. contact mode);
- Nekontaktinį (angl. non – contact mode);
- Virpančio zondo (angl. tapping mode).

Pagrindiniai nustatomi parametrai:

A - maksimalus nelygumų aukštis;

Z_{mean} – vidutinis aukštis;

R_a – vidutinis šiurkštumas arba aritmetinis vidutinis profilio nuokrypis vaizduojamas amplitudės pasiskirstymo funkcija (APF).

R_q arba RMS - vidutinis kvadratinis šiurkštumas, tai statistinis parametras, kuris nusako APF plotį, kuo APF platesnė, tuo šiurkštesnis yra paviršius ir didesnis R_q . Paviršiaus profilio kvadratinis nuokrypis nuo vidutinės vertės.

R_{sk} – asimetriškumas, jis apibūdina profilio simetriją srityse, nutolusiose nuo vidurio linijos. Kai $R_{sk} < 0$, profiliui būdingi giluminiai elementai, akutės ir gilios duobės; $R_{sk} = 0$, tolygus elementų pasiskirstymas; $R_{sk} > 0$, profiliui būdingi į paviršių iškilę elementai, smailūs iškilimai.

Magistrinio darbo metu naudojome kompanijos „Microtestmachines“ atominių jėgų mikroskopas NT-206. Mikroskopas susideda iš skenuojamosios dalies ir valdiklio (prietaisas,

valdantis mikroskopo elektroniką ir padedantis mikroskopui susisiekti su kompiuteriu). NT-206 sudarytas iš korpuso ir matuojamosios galvos. Mechanizmas valdantis bandinio padėtį (X,Y,Z kryptimis) gali judėti 20mm, o žingsnis gali būti 2nm. Naudojamo AJM charakteristikos yra: maksimalus skenavimo laukas iki 12x12 μm; matavimų matrica iki 512x512 taškų; maksimalus matavimų aukštis 2,0 μm; lateralinė skiriamoji geba 2nm; vertikalioji skiriamoji geba 0,1-0,2 nm.

AJM gali dirbti pagal tris režimus:

- Kontaktinį (*angl. contact mode*);
- Nekontaktinį (*angl. non – contact mode*);
- Virpančio zondo (*angl. tapping mode*).

2.7. Poliravimo diskas ir pastos

Poliravimui naudojamų koloidinio silicio dioksido pastų parametrai.

6 lentelė. Tyrimų metu naudojamų poliravimo pastų charakteristikos.

Parametras	1 poliravimo pasta	2 poliravimo pasta
SiO ₂ koncentracija (%)	41	41
SiO ₂ abrazyvinių dalelių vidutinis dydis (nm)	75,0	34,6
Poliravimo pastos pH (25°)	10,1	9,4
Lyginamasis tankis (g/cm ³)	1,296	1,295

Abi poliravimo pastos pasižymi dalelių vienodumu ir dispersiškumu. Bandymo metu šios poliravimo pastos buvo naudojamos 1:1 santykiu atskiedus jas su dejonizuotu vandeniu.

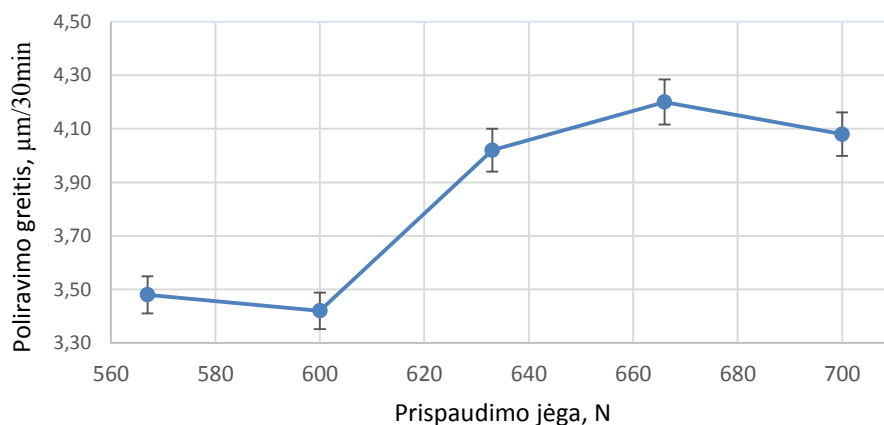
Poliravimui naudojamo disko pagrindinės sudėtis: 55 % poliuretanai ir 45 % polietilentereftalatas.

3. TYRIMŲ REZULTATAI IR JŲ APTARIMAS

Norint optimizuoti poliravimo procesą buvo tiriama parametų įtaka poliravimo greičiui ir paviršiaus šiurkštumui. Poliravimo greičio nuo prispaudimo jėgos priklausomybei nustatyti bandymai buvo atlikti skirtingais parametrais (žr. 7 lentelė). Keičiama tik prispaudimo jėga, o kiti poliravimo parametrai išlaikomi nekintantys (poliravimo laikas 5 min, poliravimo disko ir plokštelės sukimosi greitis 500 rpm). Plokštelių storis matuojamas geometrijos matavimo įranga (žr. 2.1 skyrius). Poliravimo greitis vertinamas pagal tris vertes: vidutinio išmatuoto storio vertes, maksimalaus išmatuoto storio vertes ir minimalaus išmatuoto storio vertes.

7 lentelė. Prispaudimo jėgos poveikio poliravimui tyrimo parametrai ir rezultatai.

Plokštelės Nr.	Prispaudimo jėga, N	Vidutinės storio vertės pokytis, μm	Maksimalios storio vertės pokytis, μm	Minimalios storio vertės pokytis, μm
1	567	0,58	0,55	0,86
2	600	0,57	0,60	0,48
3	633	0,67	0,72	0,53
4	666	0,7	0,33	0,45
5	700	0,68	0,51	0,53



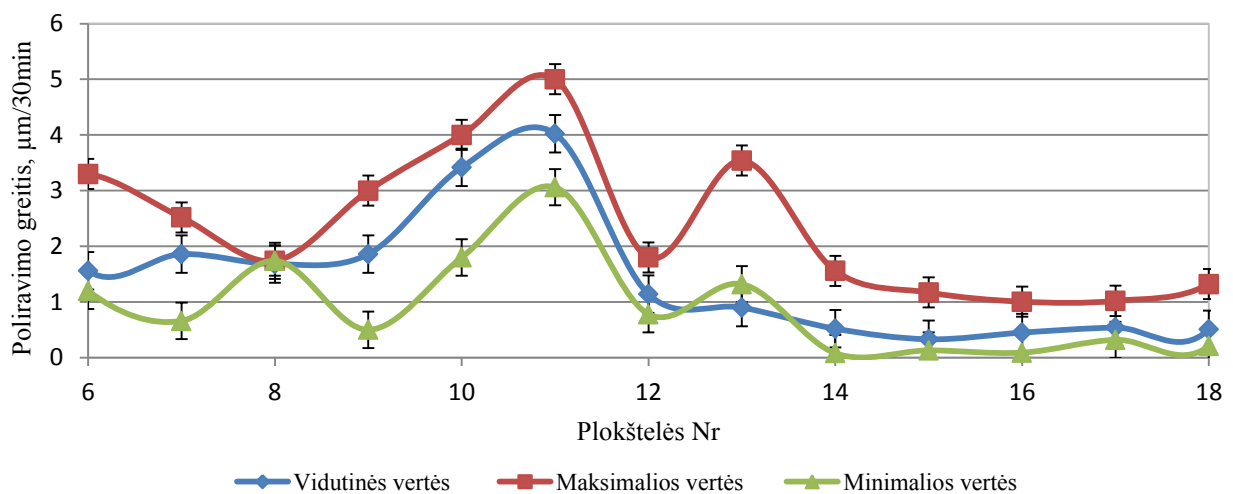
31 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo prispaudimo jėgos pagal vidutinės storio vertes

Iš grafiko (žr. 31 pav.) galime matyti, kad didinant prispaudimo jėgą ir nekeičiant kitų proceso parametų per tą patį laiką galima nupoliruoti didesnę plokštelės storį ir taip poliravimo procesas tampa efektyvesnis ir ekonomiškesnis (per tą patį laiką nupoliruojamas didesnis plokštelės storis, taigi sutaupomos mašinos sąnaudos). Toks prispaudimo jėgos poveikis gali būti aiškinamas padidėjusiu sąveikos plotu ir trintimi, kas lemia stipresnę ir greitesnę aktyvių abrazyvo dalelių sąveiką su bandiniu dėl padidėjusio aktyvacinio poveikio. Gauta poliravimo greičio priklausomybė nuo prispaudimo jėgos sutampa su kitų tyrėjų atliktais bandymais [34], kuriuose taip pat pastebimas poliravimo greičio padidėjimas didinant prispaudimo jėgą. Lyginant su kitų autorių darbais galime matyti, kad gauti poliravimo greičiai yra didesni. Mokslininkų atliktame bandyme [34] padidinus prispaudimo jėgą nuo 377 N iki 630 N poliravimo greitis

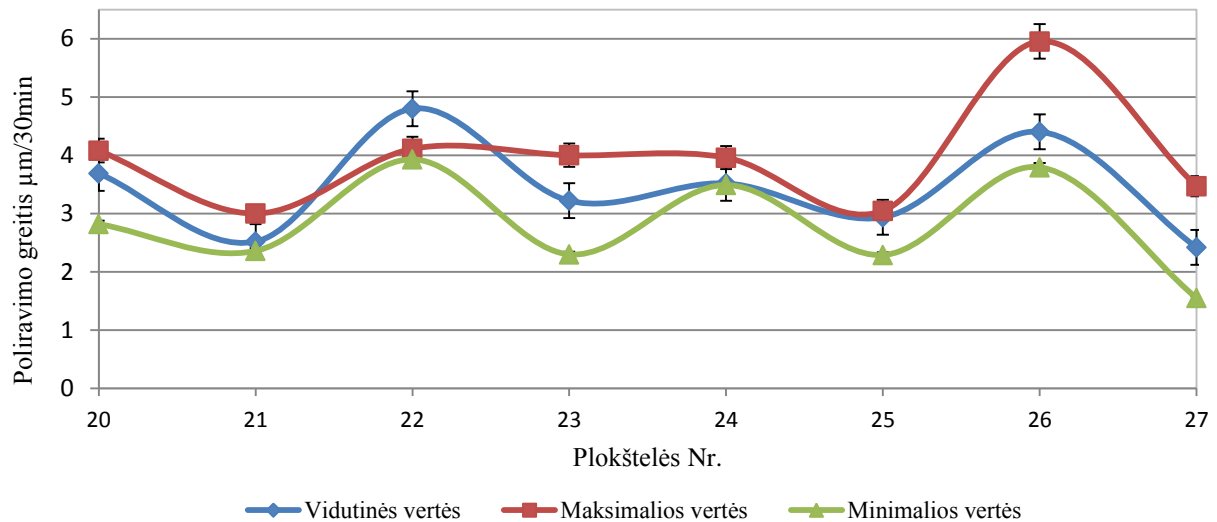
pasikeitė nuo 3 nm/min iki 7 nm/min, tuo tarpu magistrinio darbo metu atlikti tyrimai parodė, kad poliruojuojant „Rokor“ įmonėje esančia įranga keičiant prispaudimo jėgą nuo 567 N iki 633 N poliravimo greitis siekia atitinkamai nuo 116 nm/min iki 134 nm/min. Nors poliravimo greičio padidėjimas mažesnis (kitų apie 57 %, šių bandymų 13 %), tačiau bendras greitis didesnis net apie 19 kartų.

Magistrinio darbo metu taip pat buvo tiriama poliravimo pastoje esančių abrazyvinių dalelių dydžio daromas poveikis poliravimo greičiui. Gauti poliravimo greičio rezultatai, pagal ankščiau minėtas tris vertes, poliruojuojant skirtingomis poliravimo pastomis pateikti grafiškai (žr. 32 pav. ir 33 pav.).

Iš gautų grafikų aiškiai matome, kad poliravimo greitis ženkliai padidėja (nuo ~2 μm/30 min iki ~3,5 μm/30 min) poliravimo pastoje naudojant mažesnio dydžio, tos pačios cheminės sudėties abrazyvines daleles. Šie rezultatai patvirtina literatūros analizėje aptartas teorijas ir kitų autorių gautus rezultatus [15], kad mažinant poliravimo pastoje esančias aktyvias abrazyvo daleles galime gauti didesnę poliravimo greitį dėl greitesnės cheminės reakcijos. Toks poveikis yra stebimas, nes esant vienodai dalelių koncentracijai mažesnio dydžio abrazyvo dalelių tame pačiame tūryje bus daugiau.



32 pav. Poliravimo greitis naudojant 1 poliravimo pastą (abrazyvas 75 nm)



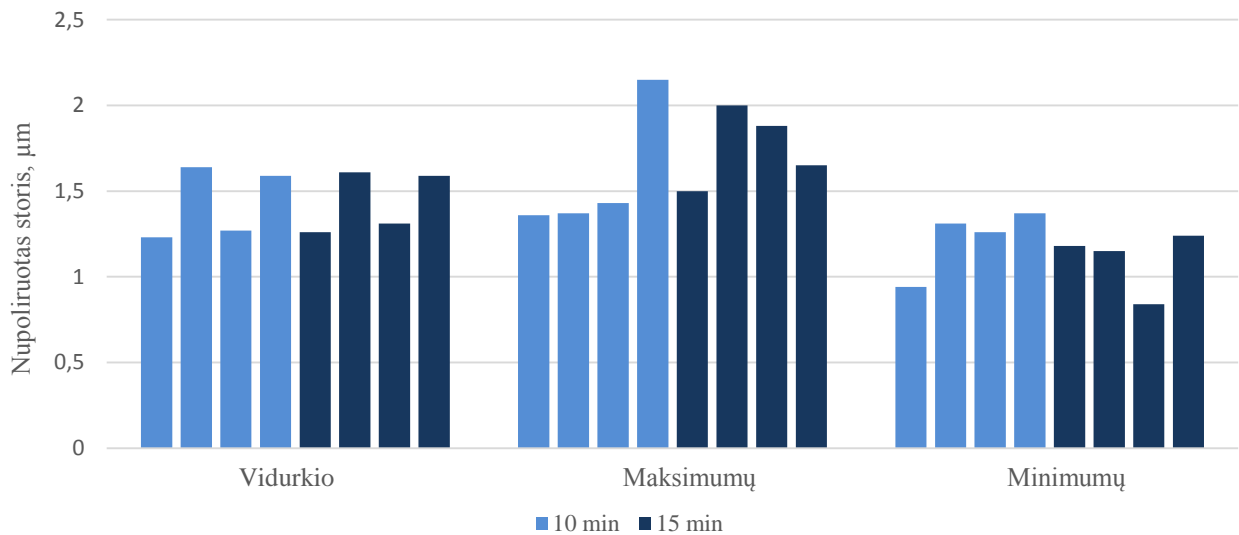
33 pav. Poliravimo greitis naudojant 2 poliravimo pastą (abrazyvas 34,6 nm)

Darbo metu buvo tiriama poliravimo greičio priklausomybė nuo poliravimo trukmės. Gauti rezultatai pateikti 8 lentelėje ir 34-35 pav. Poliravimo parametrai: prispaudimo jėga 600 N, poliruojama 10 min ir 15 min, 2 poliravimo pasta (abrazyvo dydis 34,6 nm).

8 lentelė. Plokštelių storio pokytis esant skirtingai poliravimo trukmei.

Bandinio Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Vidutinės storio vertės pokytis, μm	1,23	1,64	1,27	1,59	1,26	1,61	1,31	1,59
Maksimalios storio vertės pokytis, μm	1,36	1,37	1,43	2,15	1,5	2	1,88	1,65
Minimalios storio vertės pokytis, μm	0,94	1,31	1,26	1,37	1,18	1,15	0,84	1,24
Poliravimo laikas, min	10				15			

Kaip ir reikėtų tikėtis poliruojuojant ilgiau nušalinamas didesnis plokštelių storis.



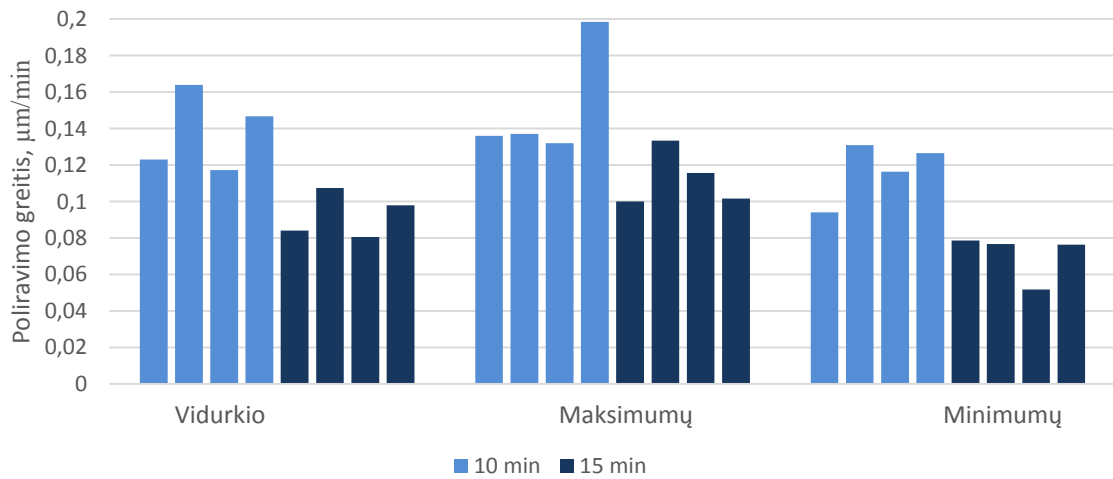
34 pav. Storio pokytis poliruoiant 10 min ir 15 min

Minimalios storio vertės pokyčio sumažėjimas (žr. 34 pav.) parodo, kad nors ir paviršius yra paveikiamas chemiškai ir susidaro minkštesni junginiai, tačiau kol poliravimo diskas nepasiekia gilių vietų, šis sluoksnis nėra mechaniškai poliruojamas. Taigi pirmiausia yra nupoliruojamos viršūnės, kas ir leidžia gauti lygesnį plokštelės paviršių.

9 lentelė. Poliravimo greičio vertės poliruoiant skirtingais laikais.

Bandinio Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Poliravimo greitis pagal vidutinę storio vertę, μm/min	0,12	0,16	0,12	0,15	0,08	0,11	0,08	0,10
Poliravimo greitis pagal maksimalią storio vertę, μm/min	0,14	0,14	0,13	0,20	0,10	0,13	0,12	0,10
Poliravimo greitis pagal minimalią storio vertę, μm/min	0,09	0,13	0,12	0,13	0,08	0,08	0,05	0,08
Poliravimo laikas, min	10				15			

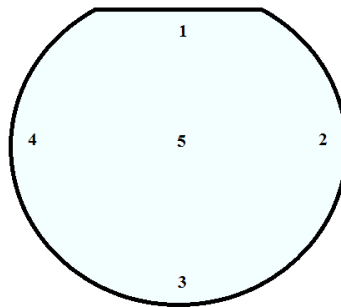
Iš gautų duomenų (žr. 35 pav.) galime matyti, kad ilgėjant poliravimo laikui greitis – mažėja. Lyginant poliravimą skirtingomis pastomis matome, kad ir po 15min, esant bendram poliravimo greičio sumažėjimui, naudojant 2 poliravimo pastą greitis išlieka didesnis nei naudojant pirmąją. Bendrą poliravimo greičio sumažėjimą galime aiškinti paviršiaus šiurkštumo sumažėjimu. Kuo lygesnis paviršius, tuo daugiau medžiagos reikia nupoliruoti norint išlaikyti pradinį greitį.



35 pav. Poliravimo greičio priklausomybė nuo laiko

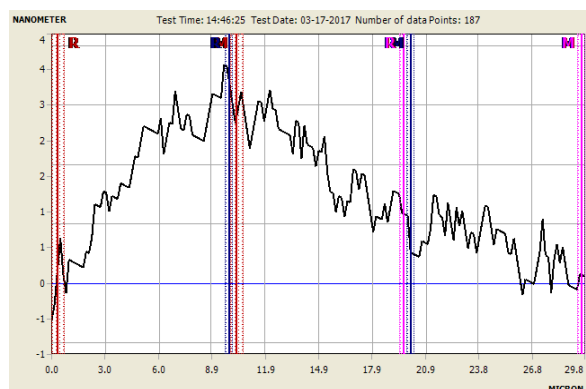
Norint nustatyti optimalius poliravimo proceso parametrus neužtenka išsiaiškinti poliravimo greičio priklausomybių. Svarbu yra ne tik per trumpą laiką gauti efektyvų poliravimo greitį, bet ir atitinkamos kokybės plokštelės paviršių.

Šiurkštumui ir jo pasiskirstymui, safyro plokštelės paviršiuje nustatyti, bandiniai buvo matuojami penkiose srityse (žr. 36 pav.).



36 pav. Plokštelės grafinis vaizdas su skaičiais pažymėtomis matavimo sritimis

Matuojama 30μm ilgio atkarpa išskirta į tris dalis kaip pavaizduota paveikslėlyje (žr. 37 pav.) ir kiekvienu matavimu gauta po tris R_a ir R_q šiurkštumo vertės 10 μm ilgyje.



37 pav. Profilograma išskirta į tris zonas

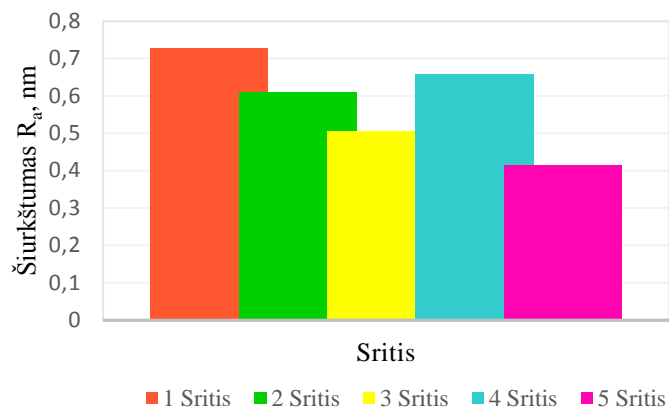
Šiurkštumo matavimo duomenys skirtingose srityse pateikti žemiau esančioje lentelėje (žr. 10 lentelė.).

10 lentelė. Bandinių šiurkštumo tyrimo rezultatai.

Bandinio Nr	R _a	R _q	R _a	R _q	R _a	R _q	R _a	R _q	R _a	R _q
	1 sritis		2 sritis		3 sritis		4 sritis		5 sritis	
1	1,1	1,2	1,2	1,3	0,9	1,0	0,6	0,7	0,6	0,7
	0,2	0,2	0,3	0,3	0,4	0,5	1,0	1,2	0,3	0,3
	1,0	1,1	0,7	0,9	0,8	1,0	0,4	0,6	0,7	0,8
2	0,9	1,1	0,6	0,7	0,5	0,6	1,9	2,3	0,3	0,4
	0,7	0,8	0,3	0,4	0,2	0,3	0,7	0,9	0,4	0,5
	0,4	0,5	0,7	0,8	0,2	0,2	1,4	1,6	0,3	0,4
3	1,2	1,5	0,5	0,6	0,6	0,7	2,2	2,5	0,3	0,4
	0,7	1,1	1,0	1,1	0,3	0,4	0,6	0,8	0,4	0,5
	0,2	0,3	0,5	0,6	0,7	0,8	1,4	1,6	0,4	0,4
4	2,6	3,1	0,9	1,1	1,0	1,1	0,6	0,7	0,3	0,4
	0,5	0,7	2,4	2,9	0,2	0,3	0,6	0,7	0,3	0,4
	5,8	6,7	1,1	1,4	0,9	1,1	0,7	0,8	0,2	0,3
5	0,3	0,4	0,4	0,5	0,8	0,8	0,9	1,0	0,5	0,6
	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,5	0,2	0,3	0,4	0,5
	0,6	0,7	0,3	0,3	0,6	0,8	1,1	1,2	0,3	0,3
6	0,9	1,1	0,7	0,9	1,2	1,4	0,6	0,7	0,4	0,5
	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,6	0,6	0,7
	1,2	1,3	0,8	0,9	1,1	1,3	0,8	0,9	0,5	0,6
7	0,9	1,1	1,0	1,2	0,6	0,7	0,8	0,9	0,8	1,0
	0,5	0,6	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,5	0,8	0,9
	0,7	0,8	1,0	1,1	0,4	0,5	1,1	1,3	0,2	0,3
8	0,7	0,8	0,7	0,8	0,6	0,7	0,5	0,7	0,3	0,4
	0,2	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,2	0,3	0,6	0,7
	0,7	0,8	0,7	0,8	0,3	0,4	0,6	0,7	0,3	0,4
9	0,2	0,3	0,3	0,4	0,7	0,8	0,4	0,5	0,2	0,3
	0,3	0,4	0,2	0,2	0,3	0,4	0,2	0,3	0,3	0,3
	0,4	0,5	0,2	0,3	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2	0,2
10	0,5	0,7	0,3	0,4	0,2	0,3	0,4	0,5	0,4	0,6
	0,4	0,5	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,4	0,5
	0,3	0,4	0,5	0,6	0,4	0,5	0,4	0,5	0,6	0,7
11	0,4	0,4	0,5	0,6	0,6	0,8	0,3	0,4	0,3	0,4
	0,3	0,4	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3	0,4	0,3	0,4
	0,3	0,4	0,3	0,4	0,7	0,9	0,4	0,5	0,4	0,5

12	0,3	0,4	0,6	0,8	0,5	0,6	0,7	0,8	0,4	0,5
	0,5	0,6	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2	0,3
	0,3	0,3	0,5	0,6	0,4	0,5	0,4	0,5	1,0	1,5
13	0,4	0,5	1,0	1,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,5	0,7
	0,3	0,3	0,3	0,4	0,2	0,3	0,3	0,4	0,3	0,4
	0,6	0,7	1,1	1,3	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3	0,3

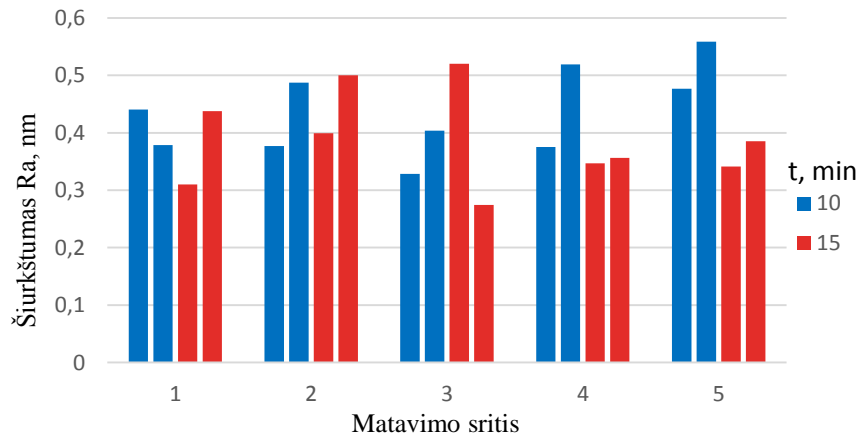
Apskaičiavus visų bandinių išmatuotų šiurkštumo verčių vidurkius yra pateikiamas grafikas (žr. 38 pav.) iš kurio galime matyti, kaip šiurkštumas pasiskirstęs plokštelės paviršiuje.



38 pav. Šiurkštumo verčių vidutinė vertė skirtingose srityse

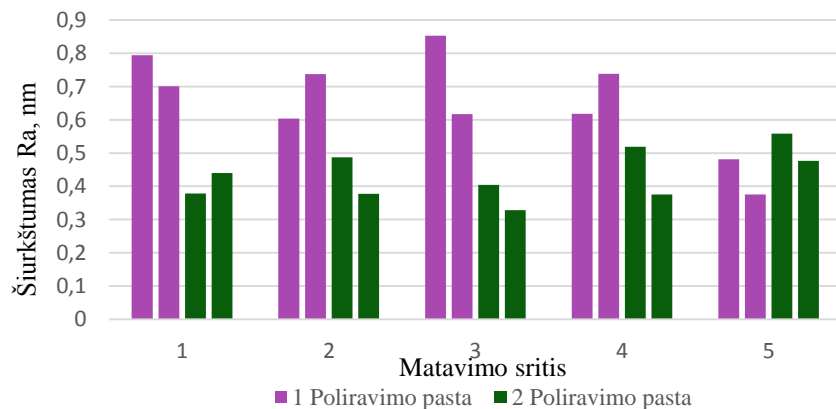
Iš šio grafiko (žr. 38 pav.) matome, kad mažiausias šiurkštumas stebimas plokštelės centre. Toks šiurkštumo pasiskirstymas atsiranda dėl didesnio poliravimo disko poveikio plokštelės centrui, pirminio apdirbimo metu.

Buvo nustatyta, kad poliruojant bandinius ilgiau, poliravimo greitis sumažėja, bet kaip jau buvo minėta, toks poliravimo greičio sumažėjimas gali būti stebimas dėl mažesnio šiurkštumo. Esant mažiau iškilusių sričių poliruojamas yra didesnis kiekis medžiagos, nors storio kitimas sumažėja. Iš grafiko matome, kad plokštelės šiurkštumo vertės kraštuose, poliruojant ilgiau, nežymiai mažesnės (žr. 39 pav.). Dėl matavimų skiriamosios gebos limitų reikalingi tikslesni matavimai, kurie buvo atlikti AJM ir aprašyti tolesniuose rezultatuose.



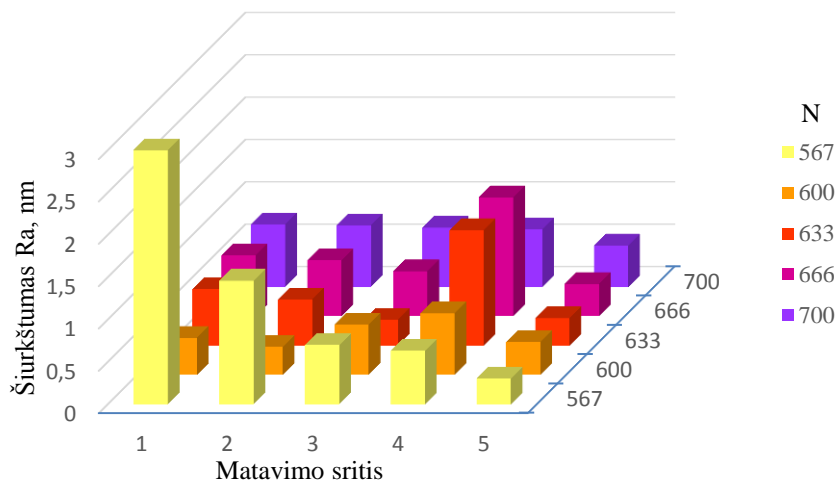
39 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose srityse priklausomai nuo poliravimo laiko (naudojama poliravimo pasta su 34,6 nm dydžio abrazyvu, 600 N prispaudimo jėga)

Atlikus bandymus buvo nustatyta (žr. 32 pav. ir 33 pav.), kad poliravimo pastoje esančių abrazyvo dalelių dydžio sumažėjimas didina poliravimo greitį. Tačiau poliravimo procesas yra efektyvus tik tuomet kai paviršiaus šiurkštumas atitinka reikalavimus. Taigi iš gautų matavimo rezultatų, juos apjungus ir pateikus grafiškai, galima nagrinėti 1 ir 2 poliravimo pastų poveikį šiurkštumui.



40 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose srityse priklausomai nuo poliravimo pastos (abrazyvo dalelės 1 pastoje 75,0 nm, 2 pastoje 34,6 nm)

Iš gauto grafiko (žr. 40 pav.) aiškiai matoma, kad naudojant poliravimo pastą su mažesnio dydžio abrazyvinėmis dalelėmis galima gauti mažesnio šiurkštumo paviršių. Taip pat gaunamas tolygesnis šiurkštumo pasiskirstymas plokštelės plote.

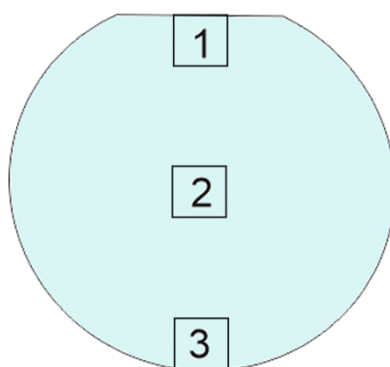


41 pav. Šiurkštumo priklausomybė nuo prispaudimo jėgos

Vienas iš svarbiausių poliravimo parametrų yra prispaudimo jėga. Pateikta šiurkštumo priklausomybė nuo prispaudimo jėgos skirtingose plokštelės srityse (žr. 41 pav.). Iš šio grafiko galime matyti, kad esant mažesnei prispaudimo jėgai dėl mažesnio kontakto ploto plokštelės kraštai yra nupoliruojami prasčiau, kai tuo tarpu centro šiurkštumas mažai priklauso nuo prispaudimo jėgos pokyčio. Dėl mažesnės prispaudimo jėgos minkštesnės, nei poliruojama medžiaga, abrazyvo dalelės nepajėgia taip efektyviai nupoliruoti nelygumų. Prispaudimo jėgai esant didesnei šiurkštumas pasiskirstęs tolygiai, tačiau reikšmės yra didesnės, nes didesnė dalis abrazyvo dalelių yra greitai išstumiamos nuo paviršiaus ir gauta mažesnė koncentracija neleidžia išgauti lygesnio paviršiaus.

Šiurkštumo rezultatų, lyginant su apžvelgta literatūra, tendencijos sutampa. Šiurkštumo priklausomybė nuo abrazyvo dalelių dydžio (naudojant 100 nm dydžio daleles išmatuotas 0,11 nm šiurkštumas, o 10 nm daleles – 0,06 nm) [15]. Nors mažesnio abrazyvo dalelėmis gaunamas mažesnis šiurkštumas, jam išgauti reikalingas ilgesnis poliravimas [15]. Taip pat [34] šaltinyje matome, kad mažiausio šiurkštumo vertės, kaip ir šio darbo metu, gaunamos naudojant prispaudimo jėgą apie 600 N, o ją didinant ar mažinant šiurkštumas didėja.

Tikslesniam paviršiaus šiurkštumo ir topografijos nagrinėjimui buvo atlikti AJM matavimai. Iš profilometru gautų rezultatų nustatyta, kad tikslinga yra matuoti trijose srityse (žr. 42 pav.).

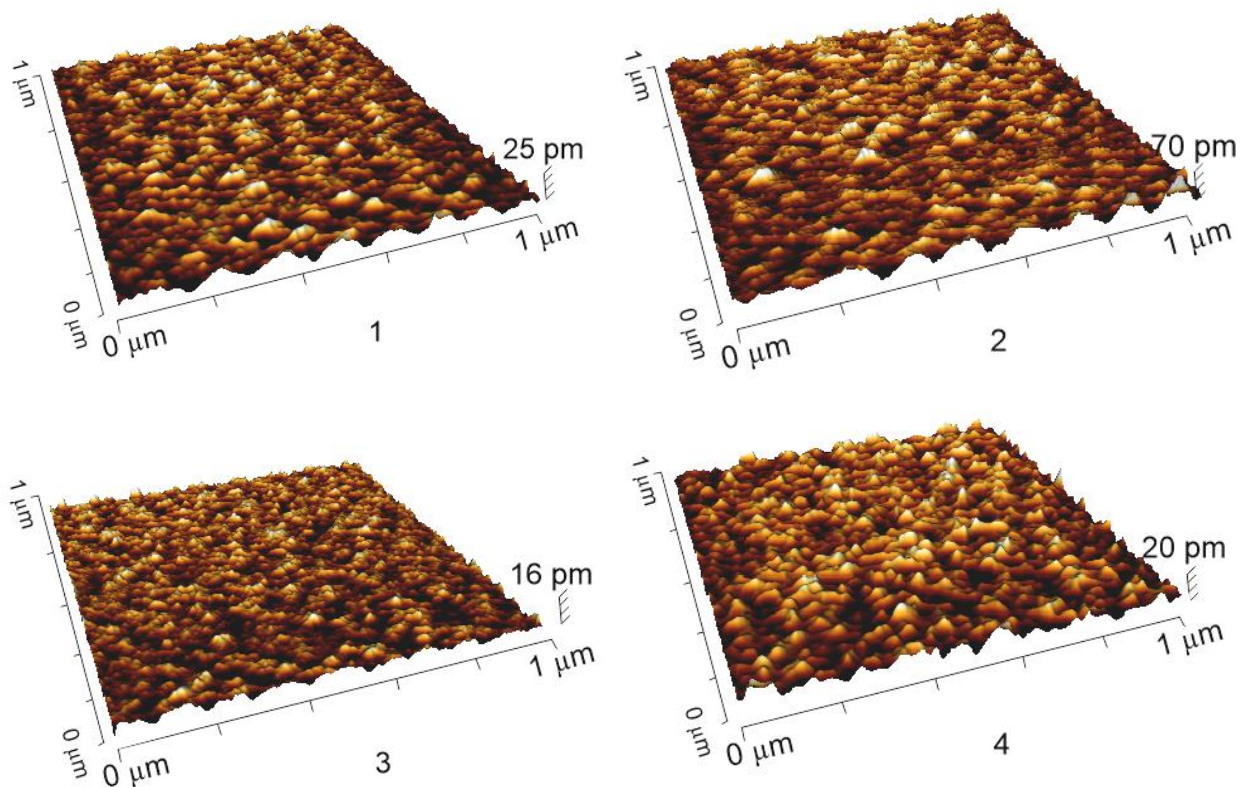


42 pav. Plokštelė su pažymėtomis matavimo sritimis

Žemiau pateiktas (žr. 43-45 pav.) gautas 4 bandinių 3D topografijos vaizdas $1 \mu\text{m}^2$ plote, skirtingose srityse. Lentelėje žemiau pateikti bandinių poliravimo parametrai (žr. 11 lentelė.).

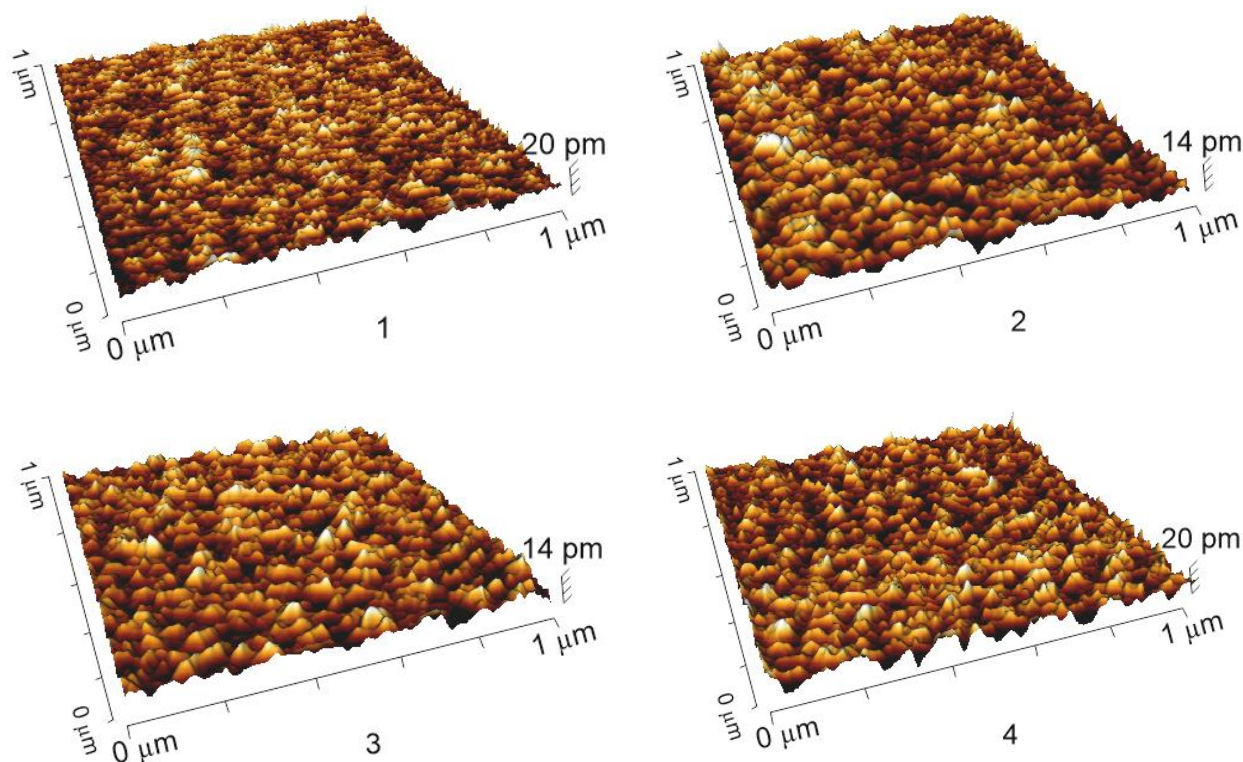
11 lentelė. Bandinių poliravimo parametrai.

Bandinio Nr.	Poliravimo laikas, min	Poliravimo pasta	Prispaudimo jėga, N
1	15	1	500
2	10	1	600
3	15	2	600
4	10	2	600



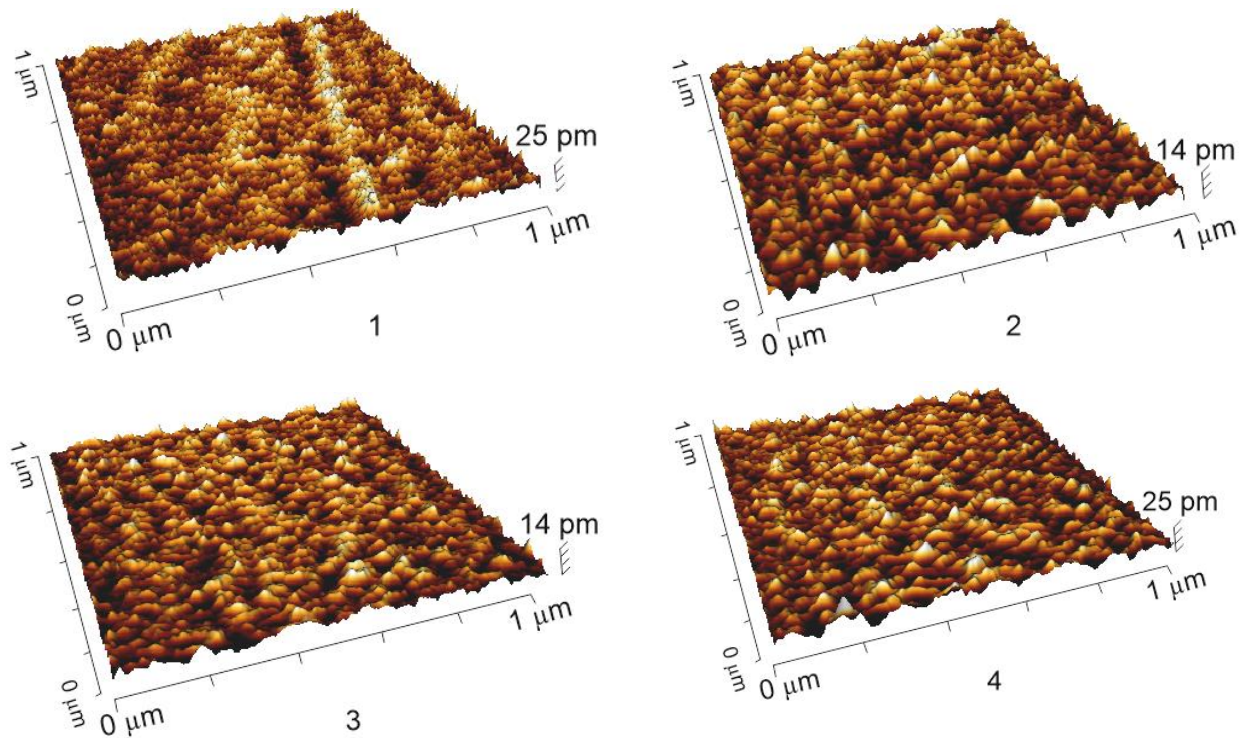
43 pav. Pirmos srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)

Iš gautų topografijos vaizdų (žr. 43 pav.) galime matyti, kad paviršiaus šiurkštumas visuose bandiniuose yra ganėtinai tolygus, nesimato jokių pavienių iškilimų. Naudojant poliravimo pastą su didesnio dydžio abrazyvo dalelėmis (75 nm), šiurkštumas poliruojant trumpiau (10 min) yra 3,5 karto didesnis. Poliruojant ilgiau paviršiaus nelygumai tolygesni, mažiau pavienių iškilimų.



44 pav. Antros srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)

Lyginant bandinių topografinį vaizdą (žr. 44 pav.) galime pasakyti, kad bandinių, kurie buvo poliruoti trumpesnę laiką, paviršiaus šiurkštumas yra mažiau tolygus. Antrojo bandinio paviršiuje galime išvelgti griovelius, kurie galėjo būti nepašalinti dėl per trumpo poliravimo laiko ir atsiradę pradinėse apdirbimo stadijose, kuomet naudojami didesni abrazyvai. Lyginant 1 ir 4 bandinius galime teigti, kad net esant panašiam nelygumų aukščiui, paviršiaus nelygumų išsidėstymas ir forma gali skirtis. Ketvirtojo bandinio nelygumai yra smailesnėmis viršūnėmis ir stambesni nei pirmajame bandinyje.



45 pav. Trečios srities, 1, 2, 3 ir 4 bandinių, 3D topografijos vaizdas (1, 3 – poliravimo laikas 15 min, 2, 4 – poliravimo laikas 10 min)

Iš gautų 3D topografijos vaizdų (žr. 45 pav.) galime matyti, kad 1 ir 2 srityse paviršiaus nelygumai yra pasiskirstę tolygiai visame plote, tuo tarpu 3 srityje matomi ryškesni paviršiaus nelygumai kurie galėjo likti nupoliruoti. Bandinių, poliruotu naudojant 1 poliravimo pastą paviršiuje galime matyti ryškesnius pavienius iškilumus, o ilginant poliravimo trukmę išryškėja negilūs grioveliai kuriuos galėjo palikti abrazyvo dalelės, nes jų dydis (75 nm) pakankamai didelis lyginant su gauto šiurkštumo vertėmis. Poliruojant su 2 poliravimo pasta visose srityse šiurkštumo pasiskirstymas panašus, tačiau galime matyti, kad poliruojant ilgiau paviršiaus nelygumai susideda iš smulkesnių iškilumų.

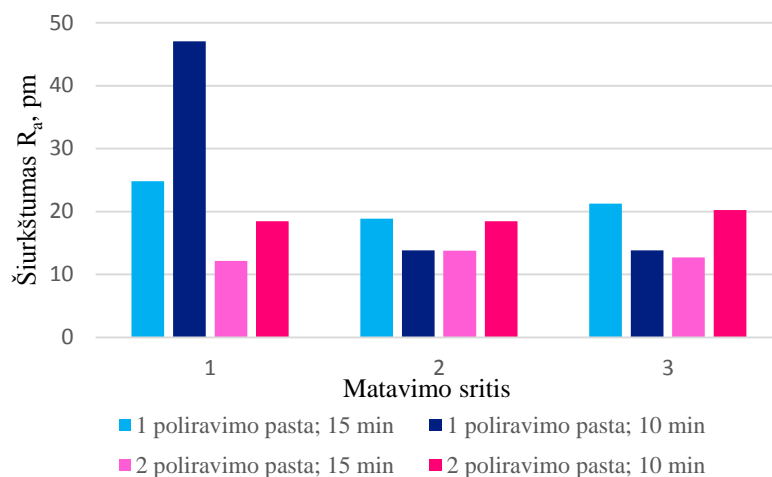
12 lentelė. Šiurkštumo vertės išmatuotos $1 \mu\text{m}^2$ plote trijose srityse kurios pavaizduotos 42 paveikslėlyje.

Bandinio Nr.	1 sritis		2 sritis		3 sritis	
	R_a , pm	R_q , pm	R_a , pm	R_q , pm	R_a , pm	R_q , pm
1	24,81	31,53	18,85	23,78	21,27	26,93
2	47,04	60,11	13,81	17,43	13,85	17,52
3	12,15	15,42	13,80	17,30	12,70	15,99
4	18,48	23,30	18,44	23,31	20,25	25,55

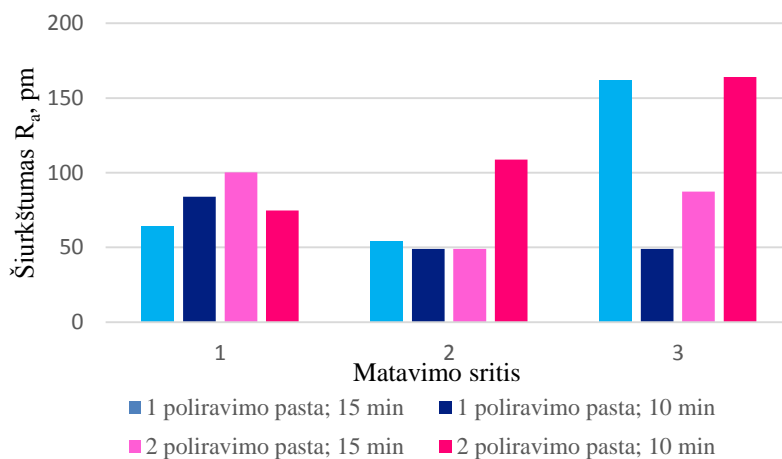
13 lentelė. Šiurkštumo vertės išmatuotos $20 \mu\text{m}^2$ plote trijose srityse kurios pavaizduotos 42 paveikslėlyje.

Bandinio Nr.	1 sritis		2 sritis		3 sritis	
	R_a , pm	R_q , pm	R_a , pm	R_q , pm	R_a , pm	R_q , pm
1	64,48	93,49	54,28	74,82	161,6	391,70
2	83,92	109,40	48,91	63,24	48,91	63,24
3	100,30	138,40	48,92	62,59	87,26	121,00
4	74,75	98,14	108,70	142,40	164,00	226,90

AJM matavimais gautos šiurkštumo vertės pateiktos grafiškai (žr. 46 pav. ir 47 pav.).



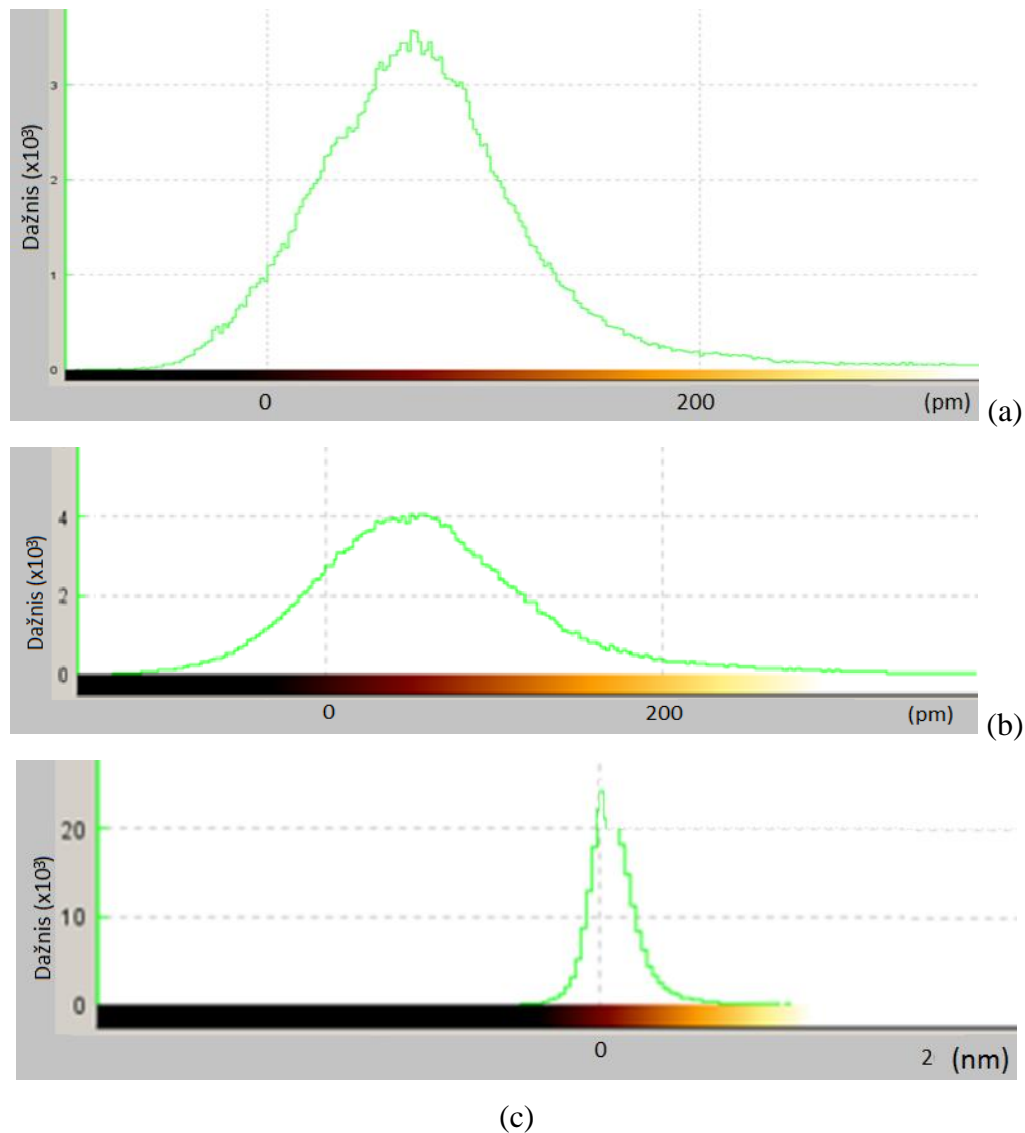
46 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose $1 \mu\text{m}^2$ srityse priklausomai nuo poliravimo pastos ir laiko (abrazyvo dalelių dydis 1 – 75,0 nm, 2 – 34,6 nm)



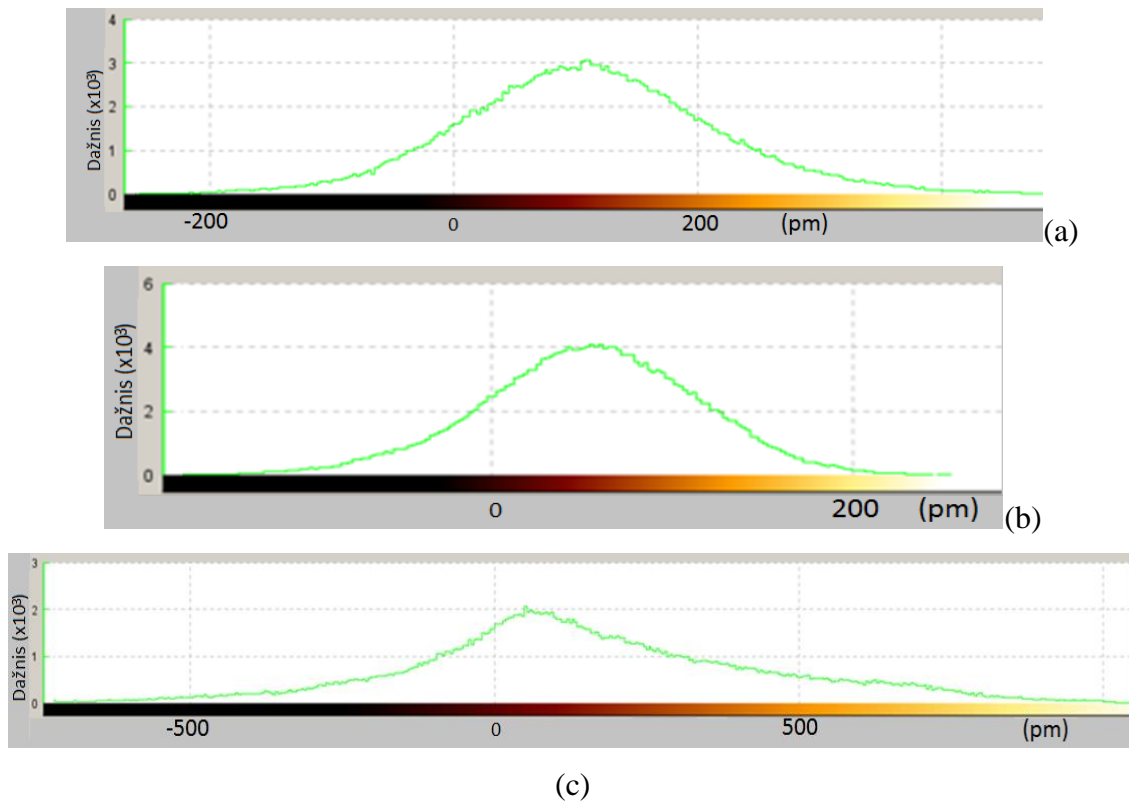
47 pav. Šiurkštumo vertės skirtingose $20 \mu\text{m}^2$ srityse priklausomai nuo poliravimo pastos ir laiko (abrazyvo dalelių dydis 1 – 75,0 nm, 2 – 34,6 nm)

Remiantis šiais grafikais galime patvirtinti išvadas padarytas analizuojant profilometro matavimus, kad plokštelės centre šiurkštumo vertės yra mažiausios. Taip pat galime matyti, kad šiurkštumo vertės poliruojant 2 poliravimo pasta, didėjant poliravimo laikui mažėja ir yra mažesnės nei poliruojant 1 poliravimo pasta su didesnio diametro abrazyvo dalelėmis.

Kitokią šiurkštumo priklausomybę (poliruoiant ilgiau šiurkštumas didesnis) matome naudojant 1 poliravimo pastą. Taip yra dėl 100 N mažesnės (500 N) prispaudimo jėgos. Taigi galime matyti ir prispaudimo jėgos įtaką šiurkštumui, kuris didėja kuomet prispaudimo jėga yra mažesnė nei 600 N. Šie rezultatai taip pat patvirtina gautas išvadas, matavimus atlikus profilometru, kad mažinant prispaudimo jėgą mažėja kontaktinis plotas ir tuo pačiu poliravimo efektyvumas.



48 pav. 1 bandinio histogramos: a), b) ir c) atitinkamai 1, 2 ir 3 srityse



49 pav. 2 bandinio histogramos: a), b) ir c) atitinkamai 1, 2 ir 3 srityse

Kaip galime matyti iš histogramų (žr. 48 pav. ir 49 pav.) 1 bandinio histogramos smailės yra siauresnės, kas rodo mažesnę nelygumų dydžio variaciją paviršiuje t.y. paviršiaus šiurkštumą lemia retesni panašaus dydžio iškilimai kurie nebuvo nupoliruoti taip gerai kaip 2 bandinyje dėl mažesnės prispaudimo jėgos.

Pasiektas plokštelių šiurkštumas, nepriklausomai nuo parametrų ir naudojamos poliravimo pastos, yra mažesnis arba lygus gautam nagrinėtuose straipsniuose [4, 15, 16, 34]. Taigi galima teigti, kad poliravimo procesas yra efektyvus ir priklausomai nuo plokštelių tolesnio panaudojimo, galima parinkti atitinkamus poliravimo parametrus bei medžiagas.

Plokštelių geometrija matuojama optinio veikimo prietaisu. Gauti duomenys (žr. 14 lentelė) pateikti žemiau esančioje lentelėje.

14 lentelė. Geometrijos matavimo rezultatai prieš ir po poliravimo.

Nr.	Matavimas	Nr	TTV	Iškrypimas	Išlinkimas
1	Prieš	3	7,83	19,40	-3,21
	Po	3	7,41	19,08	-3,14
2	Prieš	4	6,42	16,59	-10,11
	Po	4	6,10	16,00	-9,61
3	Prieš	5	7,70	16,33	-3,45
	Po	5	7,64	17,31	-3,31
4	Prieš	9	7,22	14,46	-3,50
	Po	9	7,29	14,81	-3,94
5	Prieš	10	8,68	15,52	-2,61
	Po	10	7,83	14,81	-2,43
6	Prieš	5	3,71	4,21	2,78
	Po	5	3,54	4,99	2,43
7	Prieš	6	3,11	14,67	-9,96
	Po	6	2,70	13,39	-9,76

Iš gautų rezultatų matome, kad poliravimo metu yra sumažinamas bendras storio pokytis (žr. 14 lentelė). Jo sumažėjimas aiškinamas poliruojamo paviršiaus šiurkštumo sumažėjimu. Sumažėjusios išlinkimo ir iškrypimo vertės rodo, kad poliravimo metu yra sumažinami medžiagos įtempiai, kurie lemia šiuos geometrijos nuokrypius.

Įsitikinus, kad didelio poveikio geometriniais plokštelės parametrams poliravimo procesas nesudaro, buvo matuojama bandinių orientacija XRD prietaisu. Kaip jau buvo minėta (žr. 1.4 skyrius), orientacija taip pat gali paveikti poliravimo metu gautas šiurkštumo vertes. Gauti būdingieji spektrai (žr. priedas Nr. 3) ir orientacijos nuokrypio vertės (žr. 15 lentelę).

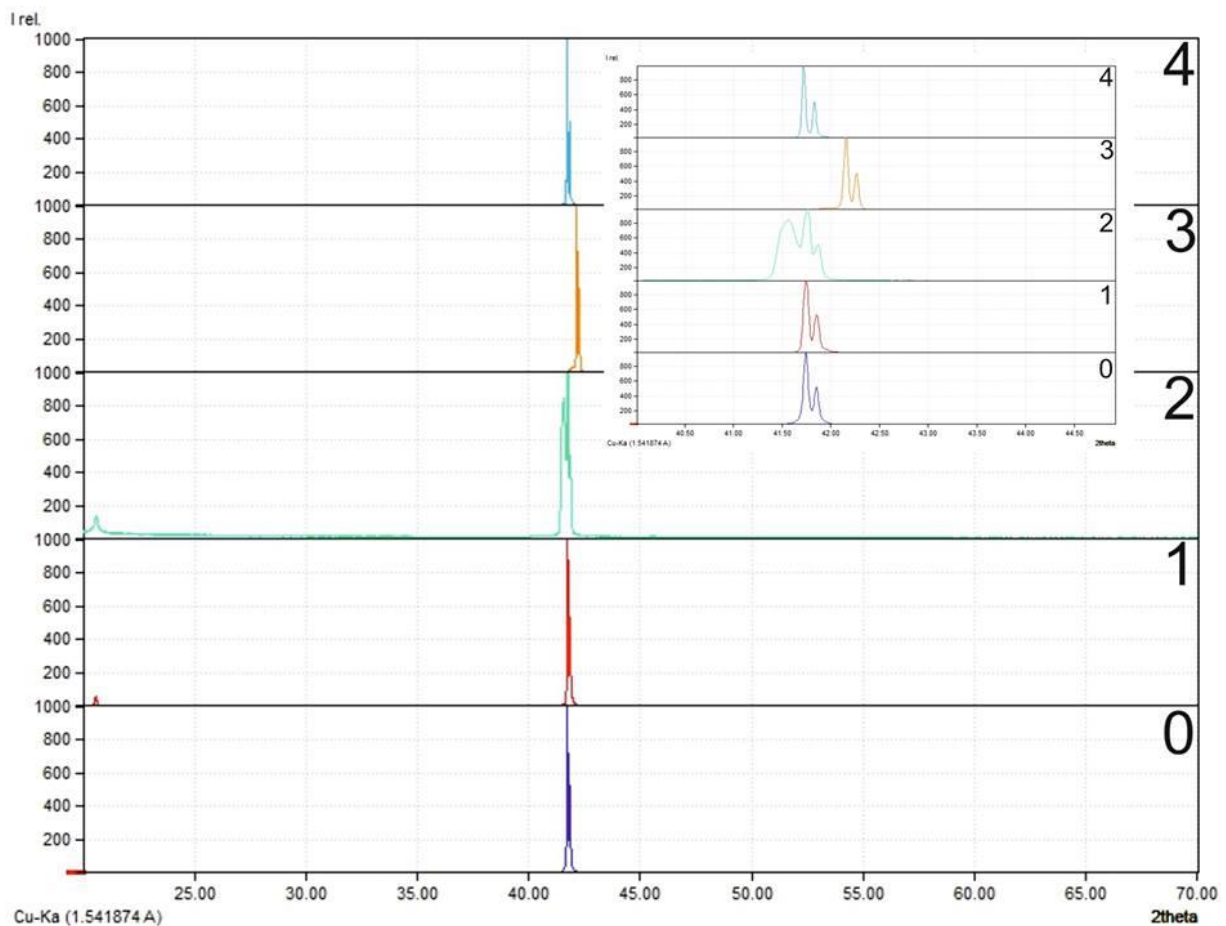
Fiksuojant difraktogramas pagal dviejų detektorių rodmenis galime matyti plokštumų poslinkį. Pagal šį poslinkį yra apskaičiuojamas plokštumų nukrypimas nuo atskaitos krypties (žr. 28 pav.). Taip pat galime matyti, kad smailės yra siauros ir didelio intensyvumo, o tai nusako medžiagos kristališkumą. Siauros smailės rodo, kad medžiaga yra kristalinė (didėjant medžiagos amorfiškumui % - smailės platėja). Konkrečios išmatuotos nuokrypių vertės pateiktos 15 lentelėje.

15 lentelė. Bandinių tyrimo XRD rezultatai.

Nr.	Pagrindinės C plokštumos nuokrypis, °	0° komponentė	90° komponentė	Nuopjovos plokštumos nuokrypis	Nuopjovos plokštuma
1.2	0.285	-0.242	-0.149	-6.77	+a
2.2	0.248	-0.101	-0.226	0.79	+m
3.2	0.176	-0.006	-0.176	-13.27	+m
4.2	0.301	-0.134	0.298	10.90	+m

Iš gautų duomenų (žr. 15 lentelė) matome, kad apdirbamų plokštelių orientacija po viso apdirbimo proceso išlieka pakankamai gera, nuokrypis neviršija 0,3°. Nuopjovos plokštumos ir jų nuokrypis skiriasi, nes buvo tirtos ne visos plokštelės, o tik trys išpjautos sritys (42 pav.). Taigi plokštelės buvo padėtos atsitiktine šono orientacija. Taip pat galime matyti, kad skirtingose plokštelės srityse išpjautų bandinių orientacija nėra vienoda. Toks orientacijos nuokrypio skirtumas gali būti matomas, dėl matavimo atlikimo ne viso bandinio, o tik išpjautos (atskirtos) dalies. Matuojant visą gaminį orientacijai įtakos turi geometrinės plokštelės charakteristikos, tokios kaip: išlinkimas, iškrypimas ir TTV. Taigi matuojant išpjautas sritis orientacija gali nežymiai pakisti.

Norint nustatyti safyro plokštelių fazę ir gardelės parametrus buvo naudojamas XRD kuriuo gauta charakteringoji Rentgeno spinduliuotė užrašoma kaip difraktograma ir analizuojama.



50 pav. Rentgeno difraktograma (0 – prieš poliravimą, poliravimo parametrai: 1 – 15 min, 500 N, abrazyvo dydis 75,0 nm; 2 - 10 min, 600 N, abrazyvo dydis 75,0 nm; 3 - 15 min, 600 N, abrazyvo dydis 34,6 nm; 4 - 10 min, 600 N, abrazyvo dydis 34,6 nm)

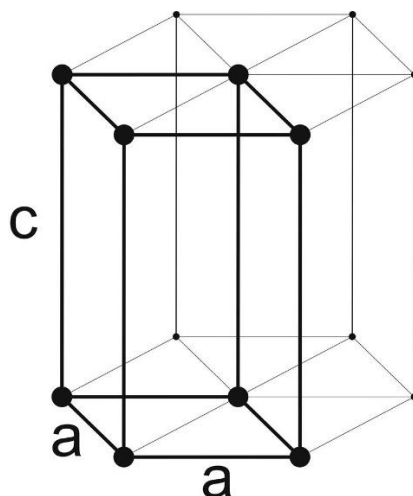
Gautose difraktogramose (žr. 50 pav.) matome intensyvią smailę ties 41-42°, o konkrečios vertės kiekvienam bandiniui pateiktos 16 lentelėje. Iš siauros smailės galime teigti, kad bandinys buvo monokristalas. Visose difraktogramose matomas nežymus smailės išsiskyrimas (žr. 50 pav.), taip yra dėl fiksuojamų dviejų $K_{\alpha 1}$ ir $K_{\alpha 2}$ būdingųjų spinduliavimų. Bandinio Nr. 1 ir Nr. 2 difraktogramose matoma smailė ties 21°. Palyginus su kitų autorių darbais [35], galime teigti, jog šioje srityje fiksuojamas SmFe_7 (0001) smailė. Šis junginys galėjo susiformuoti prieš poliravimą atliktų apdirbimo procesų metu arba bandinys buvo užterštas intermetaliniu junginiu poliravimo ar matavimo metu. Bandinyje Nr. 2 SmFe_7 smailė matoma ir ties 41° sritimi, o dėl jos padėties galime ją priskirti SmFe_7 (0002) smailei. Kadangi bandinių užteršimas matomas tik bandiniuose, kurie buvo poliruojami naudojant poliravimo pastą Nr. 1 su didesnio dydžio abrazyvo dalelėmis, galima daryti išvadą, kad galėjo kilti problemų, dėl grynumo.

Iš bandinio Nr. 3 piko pasislinkimo (žr. 16 lentelę.) galime daryti išvadą, kad trečiojo bandinio paviršių, ilgesnį laiką veikiant poliravimo pasta, atsiranda fazės pokyčių arba defektų.

16 lentelė. Bandinių intensyviausių smailių padėtys.

Bandinio Nr.	Smailės padėtis	Apdirbimo parametrai		
		t, min	Poliravimo pastos abrazyvo dydis, nm	Prispaudimo jėga, N
0	41,72 °	Plokštelė prieš poliravimą		
1	41,75 °	15	75,0	500
2	41,76 °	10	75,0	600
3	42,16 °	15	34,6	600
4	41,73 °	10	34,6	600

Taip pat tyrimų duomenimis buvo patvirtinta, kad plokštelės yra heksagoninės gardelės α - Al_2O_3 . Nustatytas tankis $3,987 \text{ g/cm}^3$, atitinka teorines žinias (žr. 1 priedas).



51 pav. Safyro kristalinė gardelė su pažymėtomis kraštinėmis

Nustatyti gardelės parametrai $a - 4,7587 \text{ \AA}$, $c - 12,9929 \text{ \AA}$ (žr. 51 pav.), taip pat atitinka teorines žinias [10]. Taigi nors vienas bandinys turėjo nežymų (apie $0,4^\circ$) smailės nukrypimą galime teigti, kad fazės pokyčių nėra.

Visų gautų rezultatų išvados buvo praktiškai pritaikytos „Rokor“ įmonėje atliekant safyro plokštelių poliravimo procesą. Taip pat į darbo rezultatus buvo atsižvelgta pasirenkant poliravimo metu naudojamas pastas.

IŠVADOS

1. Cheminis-mechaninis poliravimas vyksta aktyvioms abrazyvo dalelėms reaguojant su plokštelės paviršiumi, sudarant minkštesnius junginius, ir mechaniškai nupoliruojant susidariusį sluoksnį. Geriausiai paviršiaus kokybei išgauti naudojama poliravimo pasta su silicio dioksido abrazyvo dalelėmis. Prispaudimo jėgą padidinus 250 N poliravimo greitis padidėja apie du kartus. Mažiausias šiurkštumas gaunamas kuomet prispaudimo jėga yra apie 650 N, poliravimo pastoje esančio abrazyvo dalelių dydis 10 nm bei poliruojama ilgesnį laiką.
2. Atlikus eksperimentus nustatyta, kad didėjant prispaudimo jėgai poliravimo greitis taip pat didėja 16%, tačiau šiurkštumo vertės mažiausios (0,06 nm) ir tolygiai pasiskirsčiusios naudojant 600 N jėgą. Didinant prispaudimo jėgą paviršiaus šiurkštumas visame plokštelės plote pasiskirstęs tolygiau. Poliravimo laiką padidinus nuo 10 min iki 15 min pastebėtas poliravimo greičio (nuo 1,3 $\mu\text{m}/\text{min}$ iki 0,94 $\mu\text{m}/\text{min}$) ir šiurkštumo sumažėjimas (nuo 0,47 nm iki 0,39 nm), taip pat šiurkštumo pasiskirstymas plokštelės paviršiuje tolygesnis.
3. Tyrimų metu buvo nustatyta, kad mažėjant poliravimo pastoje esančių abrazyvo dalelių dydžiui poliravimo greitis padidėja apie 42%, tačiau norint pasiekti labai mažą šiurkštumą gauta naudojant didesnio abrazyvo poliravimo pastą reikalingas ilgesnis poliravimas.
4. Taip pat ištyrus plokšteles buvo nustatyta, kad cheminis-mechaninis poliravimas tik labai nežymiai gali paveikti plokštelės orientaciją ($0,3^\circ$) ir geometrinius duomenis (iki 5%).
5. Optimalūs proceso parametrai norint užtikrinti plokštelės kokybės parametrus yra 600 N prispaudimo jėga, poliravimo pasta su mažesnėmis abrazyvo dalelėmis (34,6 nm), 15 min poliravimo laikas.

LITERATŪROS ŠALTINIAI

1. K. Kawabata, K. Fujimoto and K. Miyamoto. The Elastic Impact of Polishing Pad for Sapphire Polishing. , 2015.
2. Precision Sapphire Technologies. about Sapphire. , 2017 Available from:<http://www.sapphire.lt/sapphire/>.
3. ZHANG, C., FENG, P. and ZHANG, J. Ultrasonic Vibration-Assisted Scratch-Induced Characteristics of C-Plane Sapphire with a Spherical Indenter. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2013, vol. 64. pp. 38-48.
4. LIN, Z., HUANG, W. and TSAI, J. A Study of Material Removal Amount of Sapphire Wafer in Application of Chemical Mechanical Polishing with Different Polishing Pads. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2012, vol. 26, no. 8. pp. 2353-2364.
5. SHIRAI, T., WATANABE, H., FUJI, M. and TAKAHASHI, M. Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders, 2010.
6. AZoM. Alumina (Aluminium Oxide) - the Different Types of Commercially Available Grades, May 3 2002, 2002. pp. 2017.05.21. Available from: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1389>.
7. JIANG, K. Al₂O₃ Thin Films: Relation between Structural Evolution, Mechanical Properties and Stability, 2011.
8. Elena R. Dobrovinskaya, Leonid A. Lytvynov, Valerian Pishchik. Sapphire: Material, Manufacturing, Applications. , 2009 ISBN 978-0-387-85694-0.
9. Sigma - Aldrich. Aluminum Oxide Single Crystal Substrate, <0001>. , 2017 Available from:<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/634875?lang=en®ion=LT>.
10. AKAZAWA, H. Formation of various Phases of Gallium Oxide Films Depending on Substrate Planes and Deposition Gases. *Vacuum*, 2016, vol. 123. pp. 8-16.
11. MARET, H., WEISBERG, D., CHAN, H.M. and STRANDWITZ, N.C. Seeded Solid-Phase Epitaxy of Atomic Layer Deposited Aluminum Oxide. *Crystal Growth & Design*, 2016, vol. 16, no. 3. pp. 1662-1666.
12. BALAKRISHNAN, G., BABU, R.V., SHIN, K. and SONG, J. Growth of Highly Oriented γ - and α -Al₂O₃ Thin Films by Pulsed Laser Deposition. *Optics & Laser Technology*, 2014, vol. 56. pp. 317-321.
13. MUNISSO, M.C., ZHU, W. and PEZZOTTI, G. Raman Tensor Analysis of Sapphire Single Crystal and its Application to Define Crystallographic Orientation in Polycrystalline Alumina. *Physica Status Solidi (b)*, 2009, vol. 246, no. 8. pp. 1893-1900.
14. AKSELROD, M.S. and BRUNI, F.J. Modern Trends in Crystal Growth and New Applications of Sapphire. *Journal of Crystal Growth*, 2012, vol. 360. pp. 134-145.
15. ZHOU, Y., et al. Characterization of Sapphire Chemical Mechanical Polishing Performances using Silica with Different Sizes and their Removal Mechanisms. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2017, vol. 513. pp. 153-159.
16. BUDNIKOV, A., et al. Anisotropy of Sapphire Properties Associated with Chemical-Mechanical Polishing with Silica. *Functional Materials*, 2010, vol. 17, no. 4. pp. 488-494.
17. CRYSTRAN. Crystran's Rough Guide to Optical Sapphire, 2016.
18. AUERKARI, P. Mechanical and Physical Properties of Engineering Alumina Ceramics. Technical Research Centre of Finland Finland, 1996.
19. Accuratus. Aluminum Oxide, Al₂O₃ Ceramic Properties , 2013.
20. LONG, K.M., KAMRATH, M.A. and MCCUE, S. Methods of Polishing Sapphire Surfaces, 2014.

21. SURATWALA, T., et al. Effect of Rogue Particles on the Sub-Surface Damage of Fused Silica during grinding/polishing. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2008, vol. 354, no. 18. pp. 2023-2037.
22. DONG, Z., CHENG, H., YE, X. and TAM, H. Subsurface Damage of Fused Silica Lapped by Fixed-Abrasive Diamond Pellets. *Applied Optics*, 2014, vol. 53, no. 26. pp. 5841-5849.
23. YANG, X.D., WEI, X., XIE, X.Z. and CHEN, Z. Development of Theory Model in Chemical Mechanical Polishing. *Trans Tech Publ*, 2012.
24. FENG, W., et al. Surface Characterization of Diamond Film Tool Grinding on the Monocrystal Sapphire Under Different Liquid Environments. *Applied Surface Science*, 2016, vol. 387. pp. 784-789.
25. FANTNER, G. *Atomic Force Microscopy*. 2013
26. LAI, J. *Mechanics, Mechanisms, and Modeling of the Chemical Mechanical Polishing Process*, 2001.
27. YANG, X.D., WEI, X., XIE, X.Z. and CHEN, Z. Development of Theory Model in Chemical Mechanical Polishing. *Trans Tech Publ*, 2012.
28. QI, J.L. and ZHENG, T.L. Pressure Dependence of Structural, Elastic and Electronic Properties of α -Al₂O₃: First-Principles Calculations. *Sains Malaysiana*, 2016, vol. 45, no. 10. pp. 1551-1556.
29. CHENG, J. and WU, J. Experimental Investigation of Fracture Behaviors and Subsurface Cracks in Micro-Slot-Grinding of Monocrystalline Sapphire. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017, vol. 242. pp. 160-181.
30. XU, Y., LU, J. and XU, X. Study on Planarization Machining of Sapphire Wafer with Soft-Hard Mixed Abrasive through Mechanical Chemical Polishing. *Applied Surface Science*, 2016, vol. 389. pp. 713-720.
31. Kemet. *Sapphire Lapping and Polishing Process*, 2016.
32. XP Plus Brochure 10, 2007.
33. Sapphire in „roditi“. Available <http://www.roditi.com/SingleCrystal/Sapphire/sapphire.html>
34. ZHANG, Z., LIU, W., SONG, Z. and HU, X. Two-Step Chemical Mechanical Polishing of Sapphire Substrate. *Journal of the Electrochemical Society*, 2010, vol. 157, no. 6. pp. H688-H691.
35. T. KUSUMORI, K. Takagi, H. Nakayama and others. Epitaxial growth of SmFe₇ films on Ta-buffered sapphire substrate using the RF magnetron sputtering method, 2013. Available <http://science24.com/paper/28875>

PRIEDAI

Priedas Nr. 1 [33]

Bendra informacija				
Cheminė formulė		Al ₂ O ₃		
Kristalinė struktūra		Heksagoninė sistema ((hk o 1)		
Kristalinės struktūros matmenys		a=4.758 Å, c=12.991 Å, c:a=2.730		
Fizikiniai parametrai				
		SI matavimo vienetai	US matavimo vienetai	
Tankis		3.98 g/cc	0.144 lb/in ³	
Kietumas		1525 - 2000 Knoop, 9 mhos	3700° F	
Lydimosi temperatūra		2310 K (2040° C)		
Struktūriniai parametrai				
Tempimo jėga		275 MPa to 400 MPa	40,000 to 58,000 psi	
	20°	400 MPa	58,000 psi	
	500° C	275 MPa	40,000 psi	
	1000° C	355 MPa	52,000 psi	
Lenkimo jėga		480 MPa to 895 MPa	70,000 to 130,000 psi	
Gniuždymo jėga		2.0 Gpa	300,000 psi	
Moduliai				
Jungo modulis, E		345 GPa	50 x 10 ⁶ psi	
Bulko modulis, k		250 GPa	36 x 10 ⁶ psi	
Šero modulis		145 GPa	21 x 10 ⁶ psi	
MOR		350 MPa to 690 MPa	50,000 to 100,000 psi	
Puasono koeficientas		Safyras yra anizotropinis, tai priklauso nuo kristalinės gardelės orientacijos		
Šiluminės savybės				
Šiluminis laidumas	at 0° C	46.06 W/(m • K)		319.4 BTU in/hr ft ² °F
(60° orientacija)	at 100° C	25.12 W/(m • K)		174.2 BTU in/hr ft ² °F
	at 400° C	12.56 W/(m • K)		87.1 BTU in/hr ft ² °F
Specifinė šilumas at 20° C		0.187 cal/(g • °C)		0.1827 BTU/lb °F

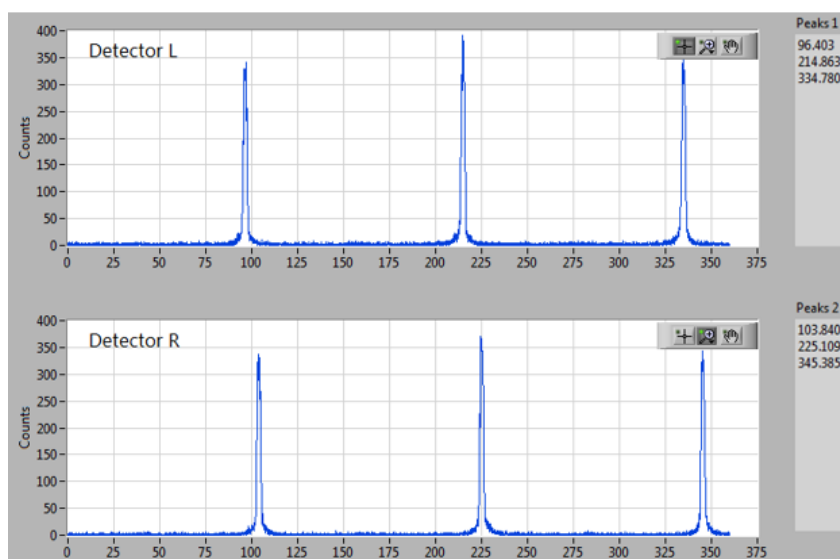
Šiluminė talpa	at 20° C	18.63 cal/ (mole • °C)		18.6 BTU/lb mole °F	
	at 1000° C	29.86 cal/ (mole • °C)		29.9 BTU/lb mole °F	
Šiluminis plėtimosi koeficientas	20° to 50° C	5.8 x 10 ⁻⁶ / °C		3.2 x 10 ⁻⁶ / °F	
(60 laipsnių orientacija)	20° to 500°C	7.7 x 10 ⁻⁶ / °C		4.3 x 10 ⁻⁶ / °F	
Elektrinės savybės					
Dažnis		E I to C axis		E II to C axis	
		Dielektrinė konstanta	Nuostolių kampo tangentas	Dielektrinė konstanta	Nuostolių kampo tangentas
1 MHz		9.39	0.0001	11.58	0.0001
3 GHz		9.39	<0.0001	11.58	<0.0001
8.5 GHz		9.39	<0.00002	11.58	<0.00002
Varža (25 °C)	1014 ohm • cm				

Priedas Nr. 2 [18]

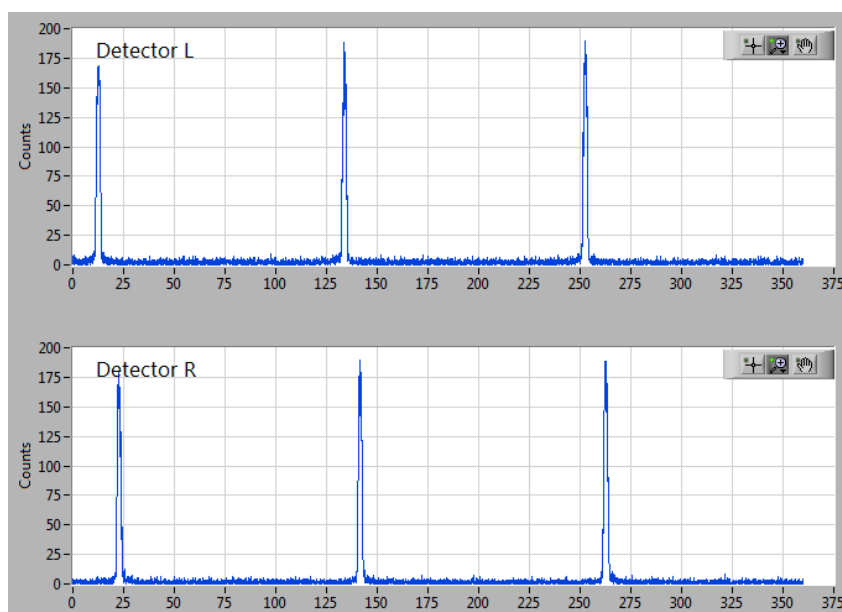
Mechaninės savybės	Matavimo vienetai	94% Aliuminio oksidai		96% Aliuminio oksidai		99.5% Aluminum Oxide	
		SI	IU	SI	IU	SI	IU
Tankis	gm/cc (lb/ft ³)	3.69	(230.4)	3.72	(232.2)	3.89	(242.8)
Poriškumas	% (%)	0	0	0	0	0	0
Spalva	—	balta	—	balta	—	Dramblio kaulo	—
Lenkimo jėga	MPa (lb/in ² x10 ³)	330	-47	345	-50	379	-55
Elastingumas	GPa (lb/in ² x10 ⁶)	300	(43.5)	300	(43.5)	375	(54.4)
Šero modulis	GPa (lb/in ² x10 ⁶)	124	-18	124	-18	152	-22
Bulko modulis	GPa (lb/in ² x10 ⁶)	165	-24	172	-25	228	-33

Puasono koeficientas	—	0.21	(0.21)	0.21	(0.21)	0.22	(0.22)
Spaudimo jėga	MPa (lb/in ² ×10 ³)	2100	(304.5)	2100	(304.5)	2600	-377
Kietumas	Kg/mm ²	1175	—	1100	—	1440	—
Lūžimo riba	MPa·m ^{1/2}	3.5	—	3.5	—	4	—
Maksimali temperatūra	°C (°F)	1700	-3090	1700	-3090	1750	-3180
(be apkrovos)							
Šiluminės savybės							
Šiluminis laidumas	W/m·°K (BTU·in/ft ² ·hr·°F)	18	-125	25	-174	35	-243
Šiluminio plėtimosi koeficientas	10 ⁻⁶ /°C (10 ⁻⁶ /°F)	8.1	(4.5)	8.2	(4.6)	8.4	(4.7)
Specifinė šiluma	J/Kg·°K (Btu/lb·°F)	880	(0.21)	880	(0.21)	880	(0.21)
Elektrinės savybės							
Dielektrinis stipris	ac-kv/mm (volts/mil)	16.7	-418	14.6	-365	16.9	-420
Dielektrinė konstanta	@ 1 MHz	9.1	(9.1)	9.0	(9.0)	9.8	(9.8)
Sklaidos faktorius	@ 1 kHz	0.0007	(0.0007)	0.0011	(0.0011)	0.0002	(0.0002)
Nuostolių kampo tangentas	@ 1 kHz	—	—	—	—	—	—
Savitoji tūrinė varža	ohm·cm	>10 ¹⁴	—	>10 ¹⁴	—	>10 ¹⁴	—

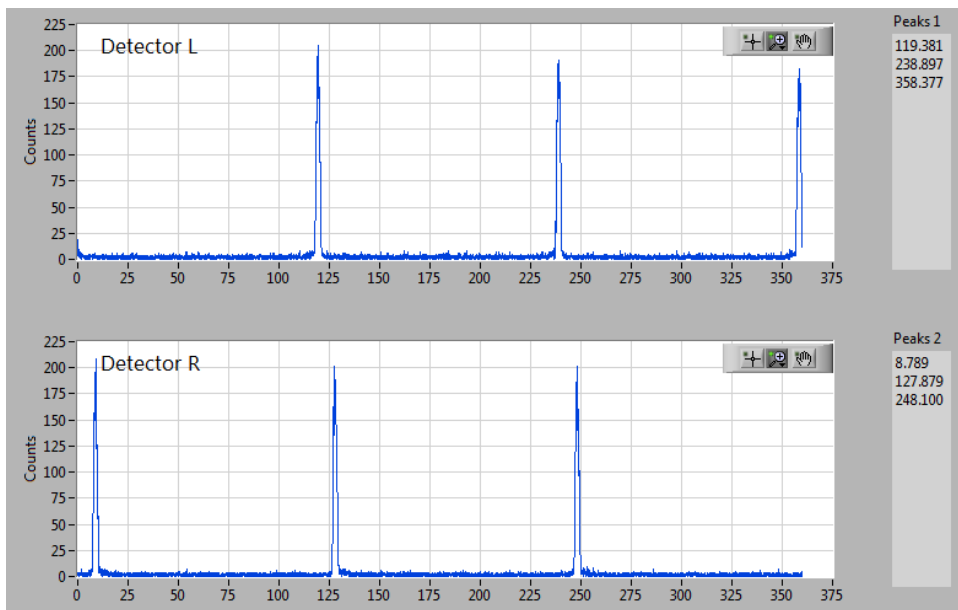
Priedas Nr. 3



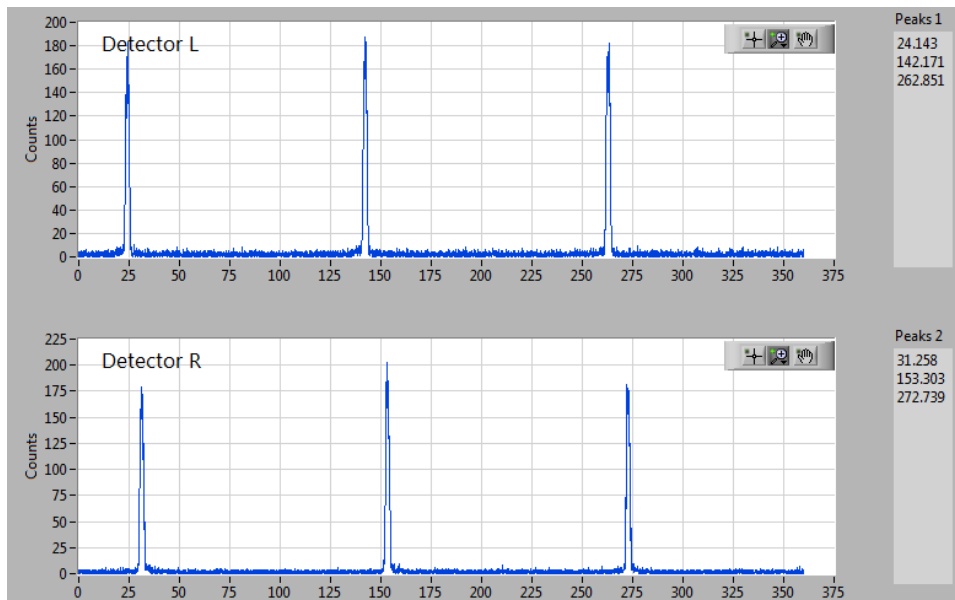
Rentgeno spindulių difraktometru gautas 1 bandinio centrinės plokštelės dalies (1.2) spektras



Rentgeno spindulių difraktometru gautas 2 bandinio centrinės plokštelės dalies (2.2) spektras



Rentgeno spindulių difraktometru gautas 3 bandinio centrinės plokštelės dalies (3.2) spektras



Rentgeno spindulių difraktometru gautas 4 bandinio centrinės plokštelės dalies (4.2) spektras