

WZROST I OBRÓBKA MONOKRYSTAŁÓW SZAFIRU O ŚREDNICACH 1" I 2"

Władysław Hofman¹, Jarosław Kisielewski¹

W pracy omówiono warunki krystalizacji oraz cykl operacji obróbczych prowadzących do przetworzenia 1" i 2" kryształów szafiru *as grown* orientacji (0001) na jednostronnie polerowane płytki podłożowe przygotowane do osadzania warstw epitaksjalnych. Z uwagi na wysoką temperaturę topnienia (~2054°C) i dużą twardość (2200 kG/mm²) szafiru należało rozwiązać szereg trudnych zagadnień technicznych, wymagających nowatorskiego podejścia. W zakresie wzrostu kryształu kluczowym problemem okazało się opracowanie odpowiedniego układu termooizolacyjnego generującego niskogradientowe pole temperatur nad cieczą. Zastosowanie relatywnie dużego, czynnego dogrzewacza irydowego okazało się wysoce efektywne w tym względzie. Natomiast w zakresie obróbki najtrudniejszą operacją okazało się cięcie kryształu na płytki. Problem ten rozwiązano minimalizując odcinek bieżącego kontaktu krawędzi tnącej z kryształem (< 1 mm) oraz maksymalizując kąt natarcia krawędzi na wałek szafirowy. Zaproponowany sposób zawęził grubości ciętych płytek do zakresu 0.6 ÷ 0.7 mm poprawiając tym samym wydajność całego cyklu. Najbardziej czasochłonnym zabiegiem było pocieniająco - wyrównujące szlifowanie powierzchni płytek przed polerowaniem. Uzyskane podłoża spełniały wymagania w zakresie parametrów kształtu oraz jakości powierzchni przeznaczonej do epitaksji.

1. WSTĘP

W wielu przodujących laboratoriach na świecie, m.in. w Japonii i USA, prowadzone są intensywne badania mające na celu zbudowanie i uruchomienie produkcji przyrządów optoelektronicznych pracujących w obszarze światła niebieskiego, których zastosowanie praktyczne jest bardzo rozległe i wiąże się z ogromnymi korzyściami finansowymi.

¹ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, 01-919 Warszawa,
ul. Wólczyńska 133, e-mail: hofman_w@itme.edu.pl

Jako materiały czynne, brane są pod uwagę pewne związki z grupy II-VI oraz III-V, charakteryzujące się odpowiednio dużą wartością przerwy wzbronionej. W ostatnich latach bardzo obiecujące wyniki uzyskano stosując azotek galu (GaN).

Prace mające na celu praktyczne wykorzystanie GaN rozwijane są w dwóch kierunkach:

1. wytwarzanie monokryształów GaN na podłoża dla nanoepitaksji GaN,
2. wytwarzanie heteroepitaksjalnych warstw GaN na odpowiednio dobranych podłożach.

Homoepitaksja na podłożach GaN stanowiąca najlepsze rozwiązanie, wiąże się z koniecznością wykonania dużych kryształów GaN, co jest z punktu widzenia technologicznego przedsięwzięciem trudnym i kosztownym.

Azotek galu pod normalnym ciśnieniem i w temperaturze 1000°C ulega rozkładowi. Kryształy GaN mogą być otrzymywane metodą wysokociśnieniową. Wzrost prowadzi się w temperaturze 1500-1700°C, pod ciśnieniem 12-17 kbar ze stopionego galu nasyconego azotem. Tak wysokie ciśnienie ma zapobiec dysocjacji GaN i uwalnianiu się azotu. Otrzymywane są kryształy w postaci płytek o maksymalnej długości do 20 mm i gęstości dyslokacji - $10^5/\text{cm}^2$. Otrzymanie większych kryształów wiąże się z koniecznością powiększenia reaktora, co przy tak wysokim ciśnieniu niezbędnym dla prawidłowego przebiegu procesu może stanowić duże utrudnienie techniczne i dalszy wzrost kosztów wytwarzania.

Zastosowanie heteroepitaksji wymaga znalezienia odpowiedniego podłoża, które musi spełniać szereg warunków takich jak: duża trwałość i brak oddziaływania chemicznego z nanoszoną warstwą, odpowiednie własności cieplne, w tym odpowiednia rozszerzalność cieplna zbliżona do rozszerzalności warstwy. Zbyt duża rozszerzalność materiału podłoża będzie powodowała pękanie naniesionej warstwy, w przypadku dużo mniejszej rozszerzalności może wystąpić łuszczenie się warstwy. Szczególnie ważną cechą materiału podłożowego jest dobre dopasowanie jego struktury do struktury warstwy.

Przyjmuje się, że niedopasowanie strukturalne warstwy i podłoża nie powinno przekraczać 1%. Przy wyższym niedopasowaniu obserwuje się wyraźny wzrost stopnia zdefektowania.

W Tab.1 przedstawiono przykłady materiałów, które rozważane są jako możliwe do zastosowania w charakterze podłoża dla heteroepitaksji GaN. Z wymienionych materiałów jedynie szafir znalazł zastosowanie w praktyce. Pozostałe traktowane są jako tzw. podłoża alternatywnie będące ciągle jeszcze przedmiotem badań.

Jak widać z zestawienia w Tab.1 stopień niedopasowania szafiru i warstwy GaN jest bardzo wysoki, natomiast pozostałe własności tego materiału, takie jak: przewodność cieplna, rozszerzalność cieplna, twardość i odporność na warunki epitaksji oraz własności mechaniczne, zdecydowanie przemawiają na jego korzyść.

Tabela 1. Materiały podłożowe dla GaN.**Table 1.** Substrate materials for GaN.

Materiał	Układ krystalograficzny	Grupa przestrzenna	Stała sieci		Rozszerzalność termiczna $\chi \times 10^6$ (K ⁻¹)
GaN	hexagonalny		a = 3.1879 c = 5.195	0	5.6(a) 7.7(c)
Szafir	trygonalny	R-3cH	a=b=4.766(0) c=13.015(1)	14	4.5(a) 5.3(c)
β -LiGaO ₂	ortorombowy	Pna2 ₁	a=5.402(1) b=6.372(1) c=5.697(1)	0,2	6(a) 9(b) 7(c)
γ -LiAlO ₂	tetragonalny	P4 ₁ 2 ₁ 2	a=b=5.168(1) c=6.268(1)	1,4	7.1(a) 7.5(c)
NdGaO ₃	ortorombowy	Pna2 ₁	a=5.440(20) b=5.500(20) c=7.710(20)	1,2 kąt 0,7(101)	7.45
$\text{La}_{0.294}\text{Sr}_{0.706}\text{Al}_{0.647}\text{Ta}_{0.353}\text{O}_3$ (LSAT)	regularny (mieszane perowskity)		a=7,735	<1	-

2. OTRZYMYWANIE MONOKRYSTAŁÓW SZAFIRU O ŚREDNICY 1'' I 2''

Wybór metody wzrostu kryształu szafiru jest związany z wysoką temperaturą topnienia, małym przewodnictwem elektrycznym, małą lepkością, dużą rozpuszczalnością gazową tlenu w fazie stopionej i wysokim przewodnictwem cieplnym.

Niskie przewodnictwo elektryczne i lepkość cieczy powodują zmiany konwekcji, co prowadzi do fluktuacji temperatury na froncie krystalizacji. Podczas krystalizacji tlen rozpuszczony w roztopie wydziela się na granicy ciało stałe-ciecz, a małe fluktuacje temperatury prowadzą do wbudowywania się pęcherzyków tlenu w rosnący kryształ.

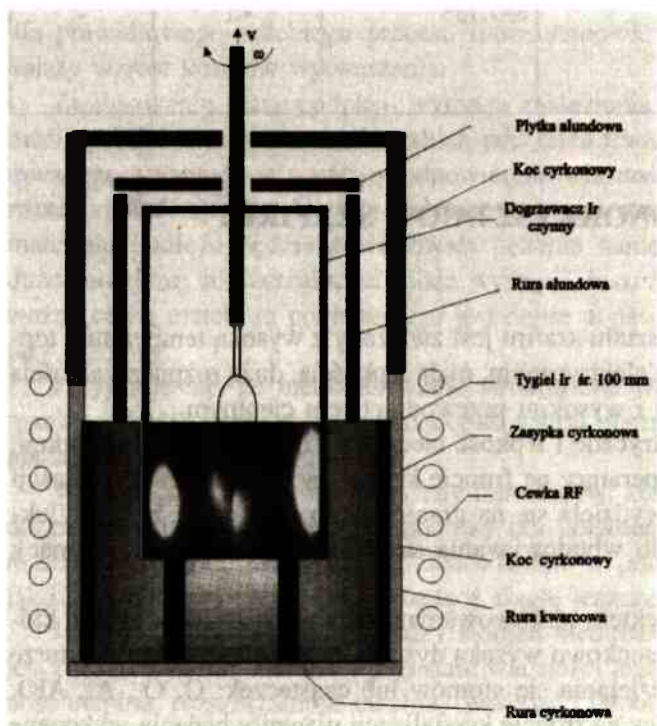
Pęcherzyki są typowym defektem obserwowanym w monokryształach szafiru których obecność tłumaczy się stosunkowo wysoką dysocjacją termiczną w temperaturze topnienia, co prowadzi do wydzielania się atomów lub cząsteczek: O, O₂, Al, AlO, Al₂O₃. Obecność tych składników na froncie krystalizacji ujawniły badania wykonane metodą spektroskopii masowej [1].

Szafir topi się kongruentnie w temperaturze 2054°C. W sposób przemysłowy na podłoża pod warstwy GaN otrzymywany jest jedną z niżej wymienionych metod:

- Verneuil,
- Czochralskiego,
- Topienia strefowego (Floating zone),
- Heat exchanger method (HEM),
- Horizontal Bridgman Technique (HBT).

W Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych (w Zakładzie Technologii Monokryształów Tlenkowych) opracowano warunki krystalizacji szafiru metodą Czochralskiego na podłoża dla epitaksji, stosując grzanie indukcyjne (generator indukcyjny 30 kW).

W przypadku kryształów o średnicy 1" zastosowano tygle irydowe o średnicy 50 mm, wysokości 50 mm i grubości ścianki 1,5 mm. Budując układ cieplny zastosowano dogrzewacz irydowy bierny. Do otrzymania kryształów o średnicy 2" (51 mm) zastosowano tygiel o średnicy 100 mm, wysokości 100 mm i grubości ścianki 3 mm. W tym przypadku zastosowano czynny dogrzewacz irydowy o takiej samej średnicy jak tygiel (Rys.1). Wymiary geometryczne układów grzejących, zastosowany materiał izolacyjny oraz usytuowanie tygli względem wzbudnika zostały dobrane w drodze prób.



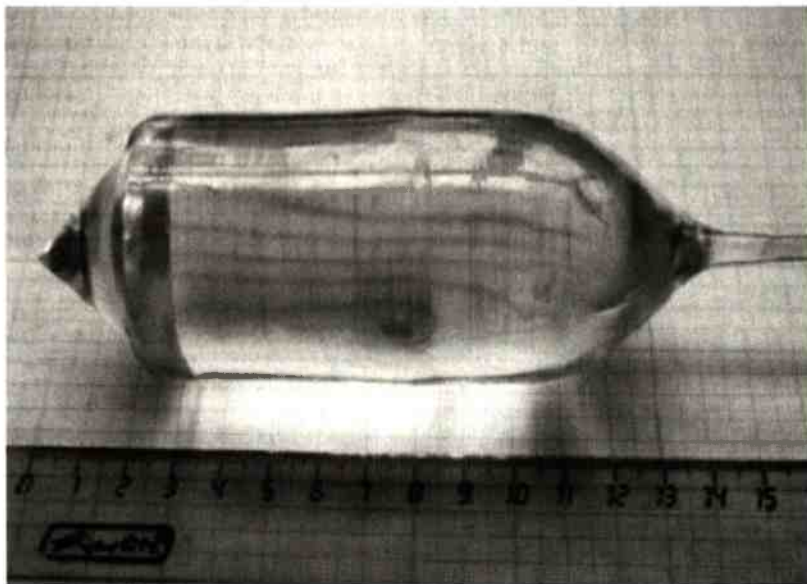
Rys.1. Układ cieplny dla wzrostu kryształu szafiru o średnicy 2".

Fig.1. Thermal system for sapphire single crystal growth with 2" diameter.

Jako materiał wsadowy zastosowano sproszkowany tlenek glinu o czystości 99,995%.

Prędkość wzrostu wynosiła 2-4 mm/h, prędkość obrotowa od 6 do 18 obr/min. Czas studzenia wynosił 24 godziny. Procesy technologiczne przeprowadzono w atmosferze czystego azotu. Krystalizację prowadzono w kierunkach osi „a”, „c” i „c” z odchyleniem $\pm 4^\circ$.

W wyniku procesu otrzymano kryształy o niskim stopniu zdefektowania bez pęknięć i nadmiernych naprężeń (Rys.2), które poddano obróbce mechanicznej.



Rys.2. Monokryształ szafiru o średnicy dostosowanej do wykroju ~2” płytek podłożowych.

Fig.2. Sapphire single crystal for 2” wafers.

3. WYMAGANIA TECHNICZNE PŁYTEK

Celem prac nad obróbką mechaniczną było zweryfikowanie możliwości wykonania podłoży szafirowych o parametrach zbliżonych do podawanych przez producentów amerykańskich. Przygotowując stosowną specyfikację wzorowano się na dwóch dokumentach:

- a) zaleceniach standardu SEMI (Semiconductor Equipment and Materials International) norma SEMI M3-1296, M3.2-91 [1],
- b) wymaganiach światowego lidera tego wyrobu - amerykańskiej firmy Johnson Matthey Electronics [2].

Tabela 2. Porównanie różnych wymagań na 2" podłoża szafirowe.**Table 2.** Technical parameters, as being given by different producers of 2" sapphire wafers.

Parametr/norma	SEMI	J-M	ITME
średnica	50.8 ± 0.25 mm	50.8 ± 0.50	50.8 ± 0.25
grubość	330 ± 50 μm	380 ± 100	400 ± 100
rozzrut grubości płytki (TTV)	≤ 51 μm	nie określono	< 15 μm
wygięcie płytki	≤ 38 μm	nie określono	nie określono
długość cięcia bazowego	14.23+17.52 mm	15.875 ± 1.27	nie określono
orientacja pow. czynnej	(1120) ± 2.0°	(0001) ± 0.25°	(0001) ± 1.0°
orientacja pow. ścięcia	(1102) ± 2°	(1102),(1010) ± 0.5°	nie określono
jakość pow. czynnej (ogólnie)	pod różne warstwy	pod epitaksją	pod epitaksją
a) chropowatość	nie określono	< 0.3 nm	≤ 5 nm
b) płaskość makroskop. (TIR)	6 + 25 μm	5 μm	nie określono
c) rysy ⁽¹⁾	max 3 • < 25.4 mm	nie określono	max 1 • < 50.8
d) liczba jamek ⁽¹⁾	4	nie określono	nie określono
chropowatość pow. biernej	nie określono	po drobnym ziarnie	≤ 2 μm
liczba wykruszeń krawędzi	2	nie określono	nie określono
max. głębokość wykruszenia	3 mm	nie określono	nie określono
max. szerokość wykruszenia	6.35 mm	nie określono	nie określono
suma szerok. wykruszeń	6.35 mm	nie określono	nie określono

⁽¹⁾ poza pierścieniem przykrawędziowym o szerokości 4 mm

Oczywiście uwzględniono równocześnie wymagania odbiorców krajowych oraz możliwości technologiczne i pomiarowe ITME. W Tab.2 porównano dane dla płytek 2", zawarte w ww. dokumentach z wartościami planowanymi w poniższej pracy.

W aspekcie aplikacyjnym, to znaczy przydatności płytki pod warstwą epitaksjalną GaN, najistotniejsze są trzy spośród ww. parametrów: małe średnio-kwadratowe odchylenie profilu mikropowierzchni płytki od chropowatości średniej (parametr R_a), dobra płaskość polerowanej strony (*Total Indicator Reading* - TIR) i niewielki rozzrut grubości (*Total Thickness Variation* - TTV) płytki. Porównując pod tym kątem wybrane parametry widoczne jest, że norma SEMI jest najłagodniejsza prawdopodobnie z uwagi na dostosowanie jej również do osadzania amorficznego SiO₂, a nie wyłącznie warstwy epitaksjalnej. Z kolei parametry płytek firmy J-M są najlepsze, choć zastana-

wia brak wyspecyfikowania wartości TTV. W przypadku ITME nie podano płaskości płytki ponieważ zawiera się ona w zakresie TTV (ograniczenie od góry). Podobnie, realna wartość chropowatości może być kilka razy mniejsza od zaproponowanej wartości granicznej, jeżeli pomiar wykona się z użyciem wysokorozdzielczego mikroskopu sił atomowych.

3.2. CELE I OGÓLNA CHARAKTERYSTYKA POSZCZEGÓLNYCH ETAPÓW OBRÓBKI KRYSTAŁÓW

W cyklu obróbki szafiru występują podobne etapy jak przy obróbce innych kryształów tlenkowych np. kwarcu czy galanu neodymu. Jednak z uwagi na znacznie wyższą twardość tego materiału konieczne jest powtarzanie oraz wydłużanie czasu trwania niektórych operacji. Do zasadniczych etapów cyklu zalicza się:

- 3.2.1. orientowane odcinanie końców kryształu,
- 3.2.2. obtaczanie bryły do postaci cylindrycznej,
- 3.2.3. cięcie cylindra na płytki,
- 3.2.4. pierwsze krawędziowanie płytki,
- 3.2.5. wyrównująco-poceniające szlifowania obu powierzchni płytki,
- 3.2.6. drugie krawędziowanie płytki,
- 3.2.7. wygładzające szlifowanie powierzchni przeznaczonej pod epitaksję,
- 3.2.8. jednostronne polerowanie tej strony.

Do ww. dochodzą zabiegi międzyoperacyjnego mycia, pomiarów geometrii, klejenia i odklejania oraz końcowej oceny zgodności parametrów płytki z warunkami technicznymi. Pięć etapów, tzn.: pkt. 3.2.3 - 3.2.7 wymagały zastosowania nowych sposobów obróbczych ponieważ dotychczasowe doświadczenia dotyczące tych operacji okazały się nieprzydatne. I tak, na etapie cięcia (pkt. 3.2.3) chodziło o opracowanie metody, która umożliwiałaby pocięcie całej bryły na płytki cieńsze od 1 mm, o małym rozrzucie grubości (≤ 0.1 mm), przy pomocy jednej tarczy diamentowej. W przypadku pkt. 3.2.4 i 3.2.6 należało wykonać głębokie „fazowanie” krawędzi w celu zwiększenia odporności mechanicznej brzegu płytki. Obecność takiej fazy przeciwdziała powstawaniu wykruszeń, które zarysowują powierzchnie płytki w czasie procesów szlifowania i polerowania. Z kolei istotnym celem szlifowania poceniającego (pkt. 3.2.5) było nie tylko usunięcie gradu i warstwy uszkodzonej po cięciu, ale również uzyskanie wąskiego rozrzutu grubości płytek (kilkanaście μm) w warunkach indywidualnej obróbki poszczególnych stron. Wreszcie, podczas szlifowania wygładzającego (pkt. 3.2.7) chodziło o usunięcie uszkodzeń powstałych po pierwszym szlifie bez powiększania bieżącej wartości TTV płytki.

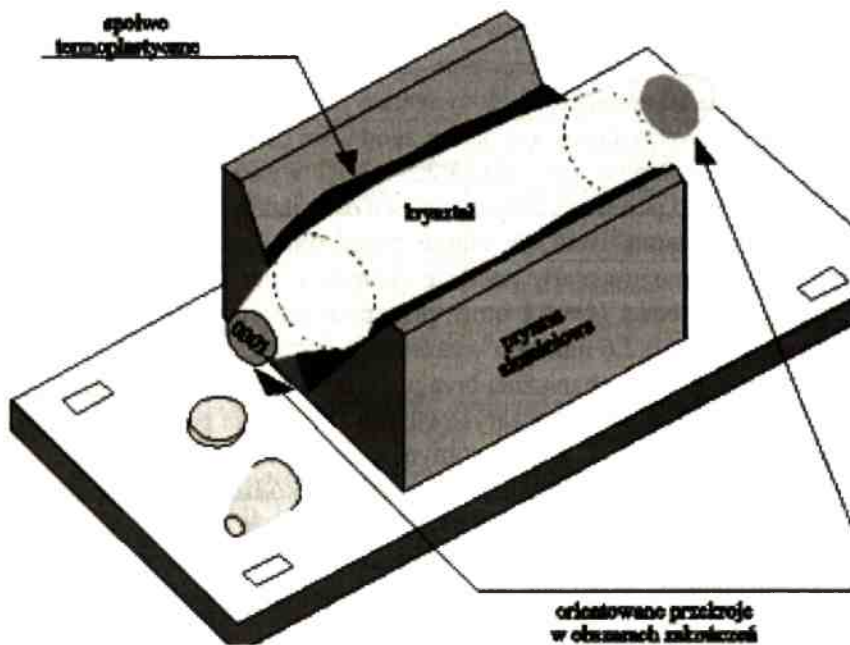
3.2.1. Orientowane odcinanie końców kryształu

W pierwszym etapie obróbki wykonywano dwa czoła bazowe typu (0001) na obu końcach kryształu. Czoła te tworzyły podstawy do mocowania bryły w dalszych

operacjach. Odcinanie końców realizowano w obszarach stożkowych w miejscach gdzie średnica kryształu zawierała się w przedziale 20–30 mm. Cięcie wykonywano tarczą (150 x 1.2 x 20 mm) z zewnętrzną krawędzią diamentową z nasypem o uziarnieniu (<80/63 μm >) i koncentracji 1 g/cm³ zatopionym w spoiwie metalicznym (stop brązu). Tarczę zakładano na piłę TS 33 firmy Meyer Burger programując następujące warunki cięcia:

- prędkość liniowa obrotu krawędzi tnącej - 35m/s
- pozioma prędkość przesuwu kryształu względem osi wrzeciona tarczy - 2 mm/min
- chłodzenie - nafta + olej maszynowy (10:1)

Kryształ mocowano do stolika piły przy pomocy uchwyty (Rys.3). Istotnym elementem zamocowania była pryzma metalowa na której unieruchamiano bryłę przy pomocy kleju termoplastycznego. Sposób ten wyeliminował odrywanie się kryształu od uchwyty pod wpływem dużych naprężeń występujących pomiędzy tarczą, a napięającym kryształem w przypadku cięcia na pełną głębokość. Dobrana grubość tarczy zapewniała dostateczną sztywność, co gwarantowało uzyskanie płaskich przekrojów, na których można było dokładnie określić orientację otrzymanej powierzchni. Przy



Rys.3. Sposób zamocowania i poglądowy widok układu po zorientowanym odcięciu jednego końca kryształu.

Fig.3. View of sapphire crystal with prism holder used for an oriented cutting of boule endings.

wprowadzaniu cięć korekcyjnych zwracano uwagę, żeby odcinana płytką miała grubość co najmniej 2 mm co eliminowało jej wyłamianie. Postępując według powyższej procedury uzyskiwano czoła kryształów odchylone od (0001) o mniej niż 10'. Dezorientacje kontrolowano na orientometrze rentgenowskim wykorzystując odbicie typu (0006) o dostatecznej intensywności.

3.2.2. Obtaczanie kryształu do postaci cylindrycznej

Brak specjalizowanej obtaczarki zastąpiono tokarką ogólnego przeznaczenia (typ 16K20, rok produkcji 1978) wyposażoną w szlifierkę suportową (ELNA typ PRAe-100, rok produkcji 1986). Przed obróbką umieszczano kryształ pomiędzy dwoma identycznymi dociskami walcowymi. Lewy z nich zakręcano w szczęki tokarki a prawy podpierano konikiem. Lekko dociśnięty kryształ centrowano względem osi obrotu docisków korzystając z czujnika mikrometrycznego zamocowanego w podstawie magnetycznej. Szlifowanie pobocznic kryształu wykonywano ściernicą walcową o wymiarach 100 · 12 · 20 mm z zewnętrznym nasypem diamentowym D91C90 (ziarno 97/75 μm) zakotwiczonym w spoiwie żywicznym. Proces obróbki prowadzono przy następujących parametrach:

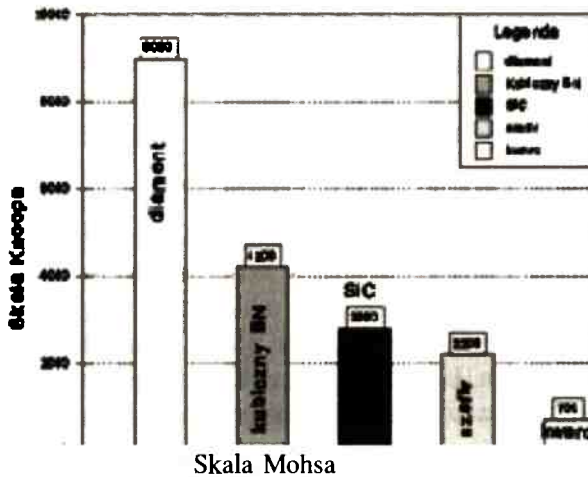
obroty ściernicy	- 6600 obr./min (prędkość obwodowa 35 m/s),
obroty kryształu	- 63 rpm,
prędkość poosiowa suportu	- 12.6 mm/min,
wiór	- 0.125 mm,
chłodzenie	- borolej.

Gładkość uzyskiwanych powierzchni była dobra, a zmiany średnicy kryształu zawierały się w przedziale $0 \pm 0,05$ mm. Obtaczanie przerywano gdy średnica wałka była o 1 mm wyższa od wartości nominalnej. Margines ten usuwano podczas dwóch operacji krawędziowania płytki.

3.3. Cięcie szafirowego wałka na płytki

Jak wiadomo szafir zalicza się do materiałów bardzo twardych. Według skali Knoopa twardości szafiru (2200 kg/mm^2) sytuuje się zaraz za SiC (2500 kg/mm^2), kubicznym azotkiem boru (4200 kg/mm^2) i stojącym na szczycie diamentem (9000 kg/mm^2) (Rys.4). Wysoka twardość stawia szczególne wysokie wymagania w momencie cięcia kryształu na cienkie (< 1 mm) quasi-płaskorównoległe płytki o średnicach > 20 mm. Z uwagi na wysokie koszty produkcji monokryształu bardzo istotne jest zminimalizowanie współczynnika strat materiałowych, tzn. stosunku szerokości szczeliny cięcia do grubości uciętej płytki.

Dlatego też opracowanie efektywnej metody cięcia kryształów szafiru o średnicy 1" i 2" na cienkie płytki stanowiło najtrudniejsze zagadnienie etapu obróbki mechanicznej. Z problemem tym zetknięto się wcześniej, ale uzyskane wyniki nie rokowały pomyślnie w przypadku seryjnej produkcji płytek [4]. Zweryfikowano wówczas cztery sposoby cięcia realizowane przy pomocy następujących narzędzi:



Rys.4. Porównanie twardości wybranych kryształów stosowanych w elektronice według liniowej skali Knoop i nieliniowej skali Mohsa.

Fig.4. Comparison of hardness of some electronic crystals according to linear Knoop's scale and according to nonlinear Mohs's scale.

- obrotowej tarczy z wewnętrzną krawędzią diamentową przy pionowym podnoszeniu kryształu względem tarczy,
- taśmy stalowej zwilżanej zawiesiną SiC, przy poziomym posuwisto zwrotnym ruchu taśmy i pionowym podnoszeniu kryształu względem taśmy,
- obrotowej tarczy z zewnętrzną krawędzią diamentową przy pionowym przesuwie tarczy względem nieruchomego kryształu,
- obrotowej tarczy z zewnętrzną krawędzią diamentową przy poziomym przesuwie kryształu i pionowym obniżaniu tarczy.

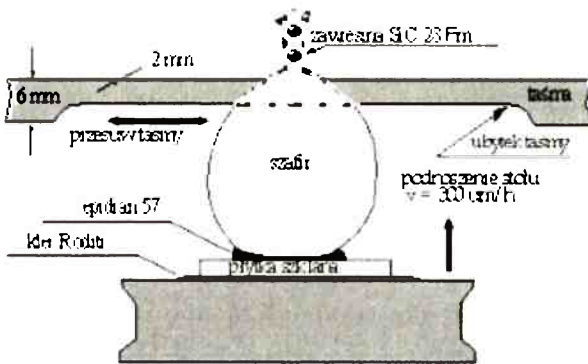
Prace zaczęto od prób realizowanych na wysokoobrotowej, stabilnej pile wyposażonej w tarczę z wewnętrzną krawędzią diamentową, tzn. w cienki (0.29 mm) przeciśnięty diamentowy chłodzony wodą. Próby wykonano na maszynie TS23 firmy Meyer Burger. Maszyna ta realizuje cykl cięcia, który polega na jednostajnym przesuwaniu kryształu, unieruchomionego na podnoszonym stole, względem wirującej tarczy diamentowej co sprawia, że kryształ „zanurza się” w tarczy na całej jego bieżącej szerokości. Cylindryczna forma kryształu sprawia, że długość linii cięcia rośnie, a następnie maleje, co musi powodować wzrost a następnie spadek sumarycznych naprężeń działających na tarczę. Opis wykonanych testów zawarto w Tab.3. Analiza otrzymanych wyników wyraźnie wskazuje na nieprzydatność powyższej techniki do cięcia płytek szafirowych o średnicach przekraczających 20 mm. Należy dodać, że wykonane cięcia realizowano po założeniu nowej tarczy diamentowej, która straciła zdolności tnące po odcięciu 10. płytki.

Tabela 3. Cięcie płytek na pile TS23.

Table 3. Some size, bow and taper parameters of sapphire wafers sliced by means of OD (outer diameter) edge of diamond blade mounted on TS 33 saw machine (plunge method).

średnica płytki	min. grubość płytki	liczba płytek, kształt ciętej powierzchni, rozrzut grubości płytki
od 15 do 20 mm	0.8 mm	3, płaskie, < 0.05mm
od 20 do 25 mm	1.6 mm	3, wklęsły, klin do 0.5 mm
od 25 do 30 mm	2.2 mm	1 + (2 pęknięte), wklęsły, klin do 1.3 mm

Kolejna próba polegała na cięciu stożkowej końcówki kryształu szafiru przy pomocy stalowych taśm zwilżanych oleistą zawiesiną proszku SiC-28/20 μm (piła GSI Meyer Burger) (Rys.5).



Rys.5. Konfiguracja układu do cięcia kryształu metodą ścierną przy pomocy proszku SiC.

Fig. 5. Reciprocating-work saw technique with SiC slurry as the „cutting” abrasive grain (free abrasive cutting method).

Zabieg trwał 54 godziny i zakończył się uzyskaniem pofalowanych powierzchni wśród których najgłębsze nacięcia miały pola równe około 1.5 cm². Zużycie taśm wynosiło ~70%, co wskazywało na nieprzydatność tej metody do cięcia brył o średnicach większych od kilkunastu mm. Użycie twardszego ścierniwa ziaren kubicznego azotku boru przyspieszyłoby jeszcze bardziej zużycie taśm stalowych.

Ostatnie dwa sprawdzenia przeprowadzono na pile TS 33 firmy Meyer Burger wyposażonej w tarczę z zewnętrzną krawędzią diamentową. W pierwszym podejściu zrealizowano wariant prostego cięcia „wglębego” (pionowy przesuw tarczy

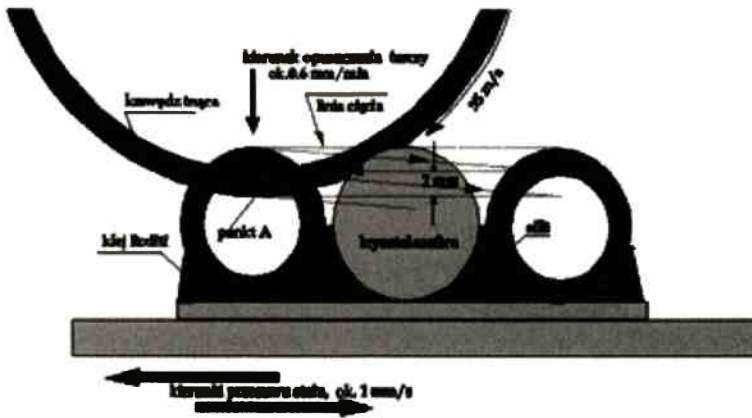
względem nieruchomego kryształu) wzorując się na testach wykonanych w firmie niemieckiej Winter [5]. Zgodnie z otrzymaną informacją, próby niemieckie dotyczyły cięcia cylindra szafirowego o średnicy 13 mm na płytce o grubości 1.2 mm. Zabieg ten polegał na wyłącznie pionowym zanurzeniu się tarczy diamentowej w kryształ przyklejony aralditem do płytki uchwytywnej stolika piły TS 33. Warunki cięcia były następujące:

- | | |
|---|---|
| prędkość liniowa obrotu krawędzi tnącej | - 35 m/s, |
| prędkość opuszczania tarczy | - 12 mm/min, |
| średnia połowa prędkość cięcia | - 88 cm ² /min, |
| chłodzenie | - woda + dodatek antykorozyjny w stosunku 50:1. |

Obróbkę wykonywano tarczą winterowską typu K34D -150-1.0-7-8 z nasypem diamentowym D91/C50. Jest to przecinak o prostokątnym przekroju krawędzi tnącej (1 mm x 7 mm) osadzonej na stalowym rdzeniu tarczy (8 mm). Cięcie zachodziło w efekcie ciemnym ziarna diamentowego, o granulacji 97/75 μm i koncentracji 44g/cm³, zakotwiczonego w żywicznym spoiwie syntetycznym. Autorzy testu podają, że powyższe warunki zapewniły otrzymanie 12 sztuk płytek mieszczących się w tolerancji rozmycia grubości < 0,01 mm przy wykruszeniach krawędzi mniejszych od 100 μm .

W badaniach własnych odtworzono zalecane warunki obrotu tarczy zmniejszając szybkość jej opuszczania do 2 mm/min. Cięcie realizowano krajowym przecinakiem z nasypem diamentowym (VIS) o szerokości profilu = 1,2 mm, podobnym uziarnieniu jak w próbie niemieckiej (80/63 μm) i dwukrotnie wyższej koncentracji diamentu (C100). Obróbce poddano kryształ szafiru o średnicy $\Phi = 25 \div 30$ mm, który przyklejono żywicą termoutwardzalną do uchwytu. Niestety, pomimo zastosowania minimalnej szybkości opuszczania tarczy wystąpiło odrywanie kryształu od uchwytu w kolejnych dwóch cyklach odcinania płytki. Nierównomierna szerokość szczeliny porozkrojowej wskazywała, że tarcza przecinaka podlegała zbyt dużym naprężeniom radialnym powodującym odchylenie krawędzi tnącej od poziomej, pierwotnej płaszczyzny nacięcia. Naprężenia te w połączeniu z siłą tarcia przenosiły się na kryształ powodując odrywanie bryły od uchwytu.

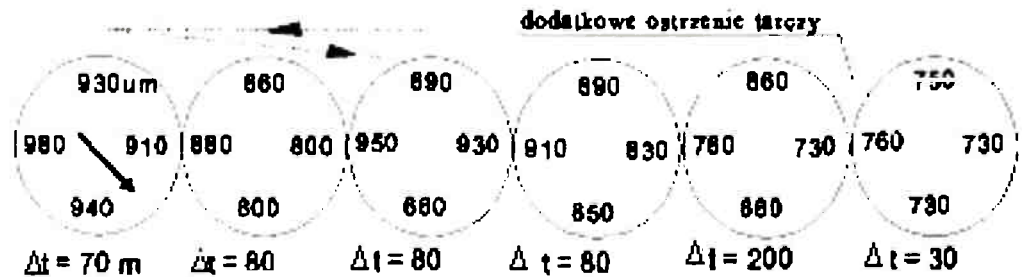
Ostatni z wypróbowanych wariantów cięcia zrealizowano ograniczając sumaryczne naprężenia promieniste działające na przecinak przy równoczesnym zapewnieniu ich quasistałości (quasistała długość bieżącej linii kontaktu krawędzi tnącej z ciętym materiałem). Przypadek ten polegał na skanującym tzn. posuwisto-zwrotno- wgłębnym przemieszczaniu się tarczy względem kryształu. Zasada tej techniki cięcia jest podobna do opisanej w pracach [6-7]. Dokładny przebieg i skok linii skanowania, związanej z kryształem, pokazano na Rys.6. Jak widać opuszczanie tarczy występowało tylko podczas przesuwu stolika z kryształem w lewo, tzn. w punkcie zwrotnym A rozpoczął się ruch wgłębny tarczy. W czasie ruchu powrotnego stołu tarcza nie obniżała się. W celu ograniczenia procesu „zaszliczenia się” nasypu diamentowego szafirem (powlekania urobkiem Al₂O₃), dokleiono po obu stronach kryształu rurki silitowe, które miały sprzyjać usuwaniu urobku Al₂O₃ z krawędzi tnącej.



Rys.6. Piłokształtny profil linii cięcia kryształu szafiru w trybie posuwisto-zwrotno-wgłębny na pile TS 33 Meyer Burger.

Fig.6. Sawtooth curve of cutting path generated by TS33MB saw machine in a course of plunge-multi-pass cutting mode.

Skok wgłębny cyklu opuszczania wynosił 2 mm. Prędkość liniowa obrotu krawędzi tnącej wynosiła 35 m/s, a szybkość przesuwu stołu ~1 mm/s. Wartości te zapewniały odcięcie pojedynczej płytki w czasie ~45 minut. Powyższy tryb pracy piły pozwolił wyciąć 14 sztuk płytek o nie najlepszej powtarzalności grubości. Przykład rozrzutów grubości na 6 kolejnych płytkach pokazano na Rys.7. Analizując powyższe wartości widoczna jest tendencja ścieniania płytki wzdłuż strzałki pokazanej na lewym krążku. Kierunek ten jest zbliżony do linii przesuwu tarczy podczas „schodzącego” ruchu



Rys.7. Rozkłady grubości w [μm] płytek po cięciu. Wartości rozmycia grubości podano pod każdą płytką.

Fig. 7. Thicknesses of wafer [μm] and TTV (total thickness variation) values after cutting using ID (inner diameter) multi-pass plunge method.

względem kryształu. Można podejrzewać, że w czasie tego ruchu występuje wzrost naprężeń działających na krawędź tnącą pod wpływem których tarcza wykrzywia się odchylając płytkę „na zewnątrz” co prowadzi do pocienienia krążka. Tezę tę potwierdza również efekt powstawania pęknięć, który dotyczył jedynie dolnych fragmentów płytek.

„Odszlichające” działanie rurek silitowych (usuwanie zagrzebanej powłoki Al_2O_3) okazało się mało efektywne. Natomiast kilkukrotne przecięcie osełki ceramicznej pomiędzy 5. i 6. krążkiem dało poprawę „równoległości” obu czoł ostatniej płytki. Niestety dalsze cięcia coraz szybciej generowały rozmycie grubości i pękanie płytek. Tak więc i ta metoda nie stwarzała przesłanek uzasadniających jej przydatność do cięcia szafiru na skalę przemysłową.

Biorąc pod uwagę powyższe niepowodzenia rozpoznano jakie metody cięcia szafiru stosują lub zalecają niektórzy producenci pił oraz inni wytwórcy płytek szafirowych. Według przedstawiciela firmy Union Miniere Group, cięcie szafiru tarczami diamentowymi może się „nie sprawdzać” i należałoby wypróbować technikę cięcia drutem stalowym z nasypem diamentowym. Firma radzi zwrócić się do szwajcarskiego producenta pił firmy Meyer-Burger AG. Z kolei firma japońska Noritake zdając sobie sprawę z trudności cięcia szafiru, poleca tarczę diamentową z wewnętrzną krawędzią tnącą o podwyższonej grubości 0.45 mm i ziarnie D76(85/65 μm). Również przedstawiciel Asahi Diamond Industrial sugeruje użycie tarczy diamentowej o analogicznych parametrach podając równocześnie następujące warunki cięcia:

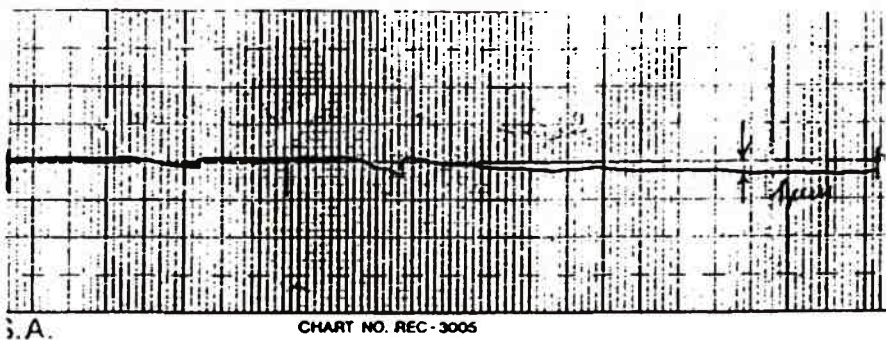
- | | |
|--|--|
| a. prędkość liniowa krawędzi diamentowej | - 11.7 m/s (1100 obr./min, R= 4") |
| b. prędkość obrotowa kryształu | - 100 - 200 obr./min, |
| c. kierunek obrotu kryształu | - zgodny z obrotem tarczy diamentowej, |
| d. szybkość cięcia | - 1 mm/min, |
| e. chłodzenie | - olej. |

Jednak według eksperta R. Godo, reprezentanta szwajcarskiej firmy N. Bucher AG, cięcie szafiru może być wykonywane bez obrotu kryształu (pkt. c). Wprowadzenie obrotów poprawia „geometrię” płytki oraz zmniejsza nierówności powierzchni. Jednak najistotniejsze jest efektywne chłodzenie miejsca cięcia. R. Godo zaleca stosowanie relatywnie wolnych obrotów tarczy (pkt.a) oferując jednak tarczę relatywnie grubą ~ 605 μm . Powyższa opinia korespondowała z ofertą firmy Logitech Ltd, producenta pił do cięcia kryształów. Logitech poleca tarczę z wewnętrzną krawędzią diamentową współpracującą z piłą APD 2 jako nadającą się do bezobrotowego cięcia 2" kryształów szafiru, deklarując równocześnie możliwość wykonania w tym zakresie testów u siebie. Oferta ta spotkała się z pozytywnym odzewem ze strony ITME, który przekazał firmie 1" kryształ szafiru do przeprowadzenia prób cięcia.

Równolegle wykonano własne próby bezobrotowego cięcia szafiru na pile Meyer-Burger TS-23. W tym celu zmniejszono obroty tarczy do poziomu 1100/min, oraz

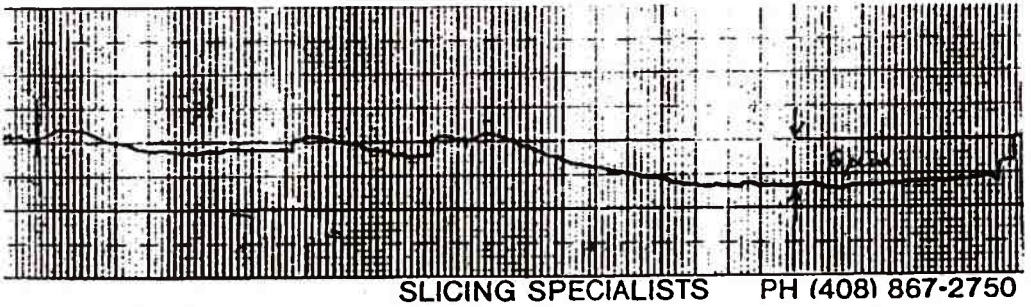
zastosowano grubokrawędziowe tarcze diamentowe Mark V i zalecany płyn Challenge 400HT. Płyn ten jako dodatek do wody zwiększał zwilżalność chłodziwa poprawiając tym samym odprowadzanie ciepła ze strefy cięcia. Dostarczone tarcze posiadały krawędź tnącą o grubości $\sim 600 \mu\text{m}$ i wysokości $\sim 457 \mu\text{m}$. Ponieważ średnia grubość ziarna diamentowego odpowiadała granulacji D 76 ($85/65 \mu\text{m}$) można przyjąć, że efektywna wysokość krawędzi tnącej stanowiła sześciokrotną średnicę uziarnienia. Parametry te są charakterystyczne dla tarcz z wewnętrzną krawędzią tnącą dla których nasyp formowany jest elektrolitycznie metodą kilkukrotnego nakładania ziaren diamentu powleczonych warstwą niklu.

Próby cięcia 1" wałka szafirowego wykonano odtwarzając warunki (pkt. a, d) oraz chłodząc tarczę tnącą mieszaniną wody z dodatkiem 400HT w zalecanej stosunku wagowym 200:1. Uzyskane wyniki były podobne do podanych w Tab.3. Po odcięciu stożkowego fragmentu bryły o średnicy $\sim 1"$ następowało coraz wyraźniejsze powiększanie się „klinowatości” płytek w kolejnych przejściach objawiające się wzrostem grubości danej płytki w miarę nacinania kryształu. Przy piątym przejściu przyrost przekroczył $120 \mu\text{m}$, a kolejne próby kończyły się coraz wcześniejszym wyłamywaniem elementów. Próby podostrzenia krawędzi tarczy prętem spiekane SiC nie przywracały zdolności tnących. Wzrost „klinowatości” płytek wiązał się ze wzrostem bieżącego, poosiowego odchylenia krawędzi tnącej od płaszczyzny obrotu tarczy „swobodnej”. Przebiegi zmian odchylenia dla cięć nr 2 ÷ 5 pokazano na Rys.8a ÷ 8b. Ponieważ czujnik odchylenia tarczy usytuowany był w pewnym oddaleniu od miejsca cięcia dlatego zarejestrowane przesunięcia były kilkakrotnie mniejsze od faktycznie występujących w miejscu kontaktu krawędzi z kryształem. Trend był jednak wyraźny. O ile na pierwszym wykresie (Rys.8a) odchylenie od linii środkowej wynosi $\sim 1 \mu\text{m}$ to na kolejnych dwóch rośnie ono odpowiednio do 6 i $11 \mu\text{m}$, a na ostatnim



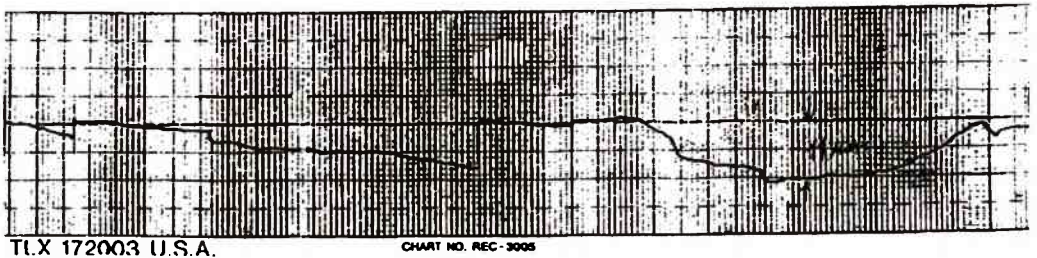
Rys. 8a. Przebieg bieżącego odchylenia krawędzi tnącej od płaszczyzny tarczy swobodnej dla cięcia nr 2.

Fig.8a. Plot of current deflection of diamond edge from the main blade plane in a course of cutting of wafer no. 2.



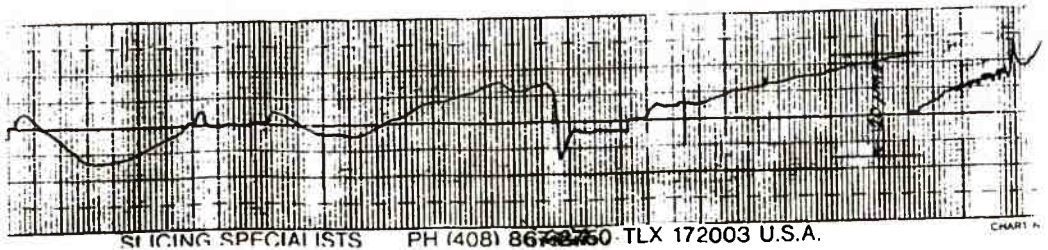
Rys.8b. Przebieg bieżącego odchylenia krawędzi tnącej od płaszczyzny tarczy swobodnej dla płytki nr 3.

Fig.8b. Plot of current deflection of diamond edge from the main blade plane in a course of cut ting of wafer no. 3.



Rys.8c. Przebieg bieżącego odchylenia krawędzi tnącej od płaszczyzny tarczy swobodnej dla płytki nr 4.

Fig.8c. Plot of current deflection of diamond edge from the main blade plane in a course of cut ting of wafer no. 4.



Rys.8d. Przebieg bieżącego odchylenia krawędzi tnącej od płaszczyzny tarczy swobodnej dla płytki nr 5.

Fig.8d. Plot of current deflection of diamond edge from the main blade plane in a course of cut ting of wafer no. 5.

(Rys.8d) przekracza 20 μm . Równocześnie wydłużał się czas kolejnych przejść tarczy. O ile pierwszą płytkę uzyskano po 25 min., to ostatnią „dobrą” dopiero po blisko 150 minutach.

Wyniki powyższe jednoznacznie wykazały, że użycie sztywniejszej tarczy o grubszej krawędzi tnącej i zapewnienie lepszego chłodzenia oraz obniżenie prędkości obrotowej tarczy przecinaka nie usuwa przyczyn odpowiedzialnych za tępienie wewnętrznej krawędzi tarczy diamentowej w przypadku cięcia nieruchomego kryształu szafiru. Powyższe niepowodzenia dobitnie uzasadniały potrzebę wskazania źródeł odpowiedzialnych za degradację tarczy diamentowej. W tym celu dokonano obserwacji, najpierw przy pomocy mikroskopu stereoskopowego (pow. 25x), a następnie metalograficznego (pow. 80x, ogląd w ciemnym polu), obrazu krawędzi tnących, porównując wygląd nowego i zużytego nasypu niklowo-diaamentowego. Krawędź nieużywana świeciła równomiernym światłem odbitym od drobnych cząstek niklu, podczas gdy w miejscach zalegania wyraźnie większych ziaren diamentu występowały nieco silniejsze refleksy. Obszar czołowy i oba boczne obszary tej krawędzi posiadały podobny relief struktury powierzchni. Natomiast tarcza używana wykazywała znaczącą różnicę pomiędzy wyglądem rantu czołowego i nasypu bocznego. Powierzchnie boczne krawędzi obu tarcz były podobne. Różniły się one jedynie silniejszym świeceniem nielicznych ziaren diamentu na tarczy używanej. Prawdopodobnie na ziarnach tych nastąpiło usunięcie (zeszlifowanie) powłoki niklowej w czasie cięcia. Natomiast bieżnik czołowy tej krawędzi, tzn. obszar wzdłuż którego powinno dominować działanie ściernie nie ujawniał odsłoniętych ziaren diamentu. Przeciwnie, na znacznej długości, bieżnik ten był pokryty warstwą zbitego, trudno usuwalnego urobku (miału) szafirowego wprasowanego w zagłębienia po wyrwanych ziarnach diamentu oraz w powłoki niklowe pokrywające nienaruszone cząstki diamentu. Wygląd ten jednoznacznie wskazywał, że powierzchnia czołowa krawędzi tnącej uległa głębokiemu zaszlichceni, tzn. uformowaniu się zwartej powłoki szafirowej, która podczas pracy spowodowała efektywnie trwałe oddzielenie (odsunięcie) krawędzi diamentowej od ciętej powierzchni kryształu. W tym świetle trudno dziwić się, że próby podostrzenia krawędzi ziarnem SiC o twardości porównywalnej do twardości szafiru okazały się mało skuteczne (uszlachetniony proszek SiC nie wykazuje jakichkolwiek właściwości ściernych na ścianie (0001) szafiru). Ponadto pomiary poprzecznego przelomu nasypu potwierdziły, że głębokość krawędzi tnącej mogła zmniejszyć się najwyżej o 15% w stosunku do wartości pierwotnej podanej przez producenta. Wynik ten oznaczał, że zakres pocienienia krawędzi ograniczył się do pierwszej warstwy ziaren diamentowych.

Poczynione obserwacje korespondują z diagnozami przedstawionymi w pracy A.Buttnera [8], który twierdzi, że proste cięcie wgłębne, charakteryzujące się znaczną długością bezpośredniego kontaktu nasypu tarczy z kryształem szafiru, zawsze będzie prowadzić do zaszlichcienia się krawędzi tnącej. Autor [8] postuluje i weryfikuje najprostsze sposoby uniknięcia tego efektu wprowadzając najpierw oscylację, a następnie obroty kryształu względem rotującej tarczy z wewnętrzną krawędzią tnącą. Według

autora [8] powolnienie procesu zaszlichciana wymaga skrócenia kontaktu bieżnika tarczy z kryształem. Skrócenie to oznacza wzrost naprężeń między krawędzią, a ciętym materiałem co powinno wzmacniać mechanizm samooczyszczania się nasypu z urobku szafirowego. Na podstawie przeprowadzonych testów Büttner [8] poleca następujące warunki, które dla 2" szafiru umożliwiały ucięcie jedną tarczą ~ 20 sztuk płytek:

- aa. prędkość liniowa krawędzi diamentowej - 16 m/s,
- bb. prędkość obrotowa kryształu -100 /min,
- cc. kierunek obrotu kryształu - przeciwny do obrotów tarczy tnącej,
- dd. szybkość cięcia - 6 - 2.5 mm/min,
- ee. chłodzenie - woda + superedge 7 (50:1),
- ff. ostrzenie tarczy - co trzecie przejście.

Niestety publikacja [8] nie zawiera informacji odnośnie grubości i odpadu płytek

3.3.1. Cięcie wirującego kryształu szafiru wewnętrzną krawędzią diamentową

W trakcie realizacji prób cięcia odebrano trzy ważne sygnały. Po pierwsze otrzymano raport z testów wykonanych przez firmę Logitech, w którym stwierdzono nieprzydatność piły ADP1 i AWS1 do bezobrotowego, cienkopłytkowego cięcia kryształu szafiru. Po drugie firma Meyer-Burger (MB) udostępniła wyniki swoich testów cięcia trzech 2" kryształów szafiru na płytce o grubościach 0.96 - 1.23 mm. Testy wykonano piłą TS 202 z tarczą o wewnętrznej krawędzi tnącej przy równoczesnym obrocie pakietu trzech sklejonych 2" walców szafirowych. Po trzecie uzyskano informację, że również inne monokryształy o twardościach > od 2000 kG/mm² wymagają zastosowania obrotów podczas cięcia na płytce. Technikę taką stosuje Instytut Wzrostu Kryształów (IKZ) w Berlinie do cięcia heksagonalnych monokryształów SiC [9].

Dotychczasowe niepowodzenia oraz powyższe fakty jednoznacznie przemawiają za koniecznością zweryfikowania techniki cięcia z obrotem kryształu. Do prób wybrano piłę IDS 22 niemieckiej firmy G&N (Genauigkeits Maschinenbau Nürnberg GmbH) stosowaną w IKZ, z uwagi na jej podobieństwo do piły TS22 znajdującej się w ITME. W obu piłach montuje się ten sam typ i wymiar tarcz diamentowych oraz można odtwarzać analogiczne warunki cięcia (obroty, prędkości przesuwów, chłodzenie itp.). W testach położono nacisk na ocenę wpływu szybkości cięcia, prędkości obrotowej tarczy i intensywności chłodzenia na uzysk płytek o grubościach <= 1 mm. Oczywiście, przy wstępnym wyborze warunków pracy urządzenia kierowano się zaleceniami Büttnera [8].

Próbowi cięcia poddano zorientowany (0001) i obtoczony do postaci cylindrycznej ($\Phi = 25.4$ mm) monokryształ szafiru o długości użytkowej ≈ 50 mm. Cięcie wykonywano przy pomocy tarczy Winter 558-235-0.63-0.17-0.15 z nasypem niklowo diamentowym D76(85/65 μm) oraz przystawką obrotową firmy G&N. W ramach prób zrealizowano kilkanaście pojedynczych cięć kryształu stosując przeciwbieżne obroty

tarczy i wałka szafirowego. Parametry poszczególnych cięć oraz ocenę uszkodzeń płytek zawarto w Tab.4.

Tabela 4. Wyniki cięcia wewnętrzną krawędzią tarczy 1" kryształu szafiru z obrotem.

Table 4. Parameters and a yield of sapphire wafers after cutting of 1" dia. boule using ID rotation ingot method.

płyt.	prędk. tarczy	rpm wałka	chłodzi [l/min]	cięcie mm/min	grubości płytki		dodatkowo wprowadzone zmiany, stan uszkodzeń płytki
					brzeg	środek	
0	16m/s	12	12	0.6	5715 μ m	5700	odcięcie końca kryształu (bez wad)
1	16	12	12	0.6	585	600	wyszczerbienia krawędzi, bez pęknięć
2	16	12	12	0.3	590	600	wyszczer. krawędz. płytka pęknięta
3	12	12	12	0.3	570	590	płytkę pękniętą na cztery fragmenty
4	12	26	6	0.3	1010	1018	płytkę bez makropęknięć
5	12	26	6	0.3	1000	1005	płytkę bez pęknięć ale rozbita na skutek oderwania przez tarczę w fazie odcinania od wałka
6	12	26	6	0.23	810	805	(dociążenie modeliną) płytka dobra
7	12	26	4 ÷ 6	0.38	710	700	(*) wielokrotnie spękana
8	12	26	5 + 6	0.14	875	878	(*) , płytka bez makropęknięć
9	12	26	5 ÷ 6	0.14	750	785	(*) , płytka popękana
10	12	26	5 ÷ 6	0.14	795	810	(*) , płytka popękana
11	12	26	5 - 6	0.13	1100	1080	po ostrzeniu krawędzi tnącej i powleczeniu pobocznicą kryształu żywicą + (*) , płytka dobra
12	12	26	5 ÷ 6	0.13	950	970	(**) + (*), płytka popękana
13	16	12	12	1.3	755	745	(**) + (*), wyszczerbienia krawędzi, płytka bez makropęknięć
14	16	12	12	1.3	10000	10000	wałek bez wyszczerbień krawędzi i pęknięć

(*) - oznacza przyklejenie warstwy modeliny do czoła płytki w celu uniknięcia przywierania krążka do tarczy w ostatniej fazie odcinania od kryształu,

(**) - oznacza odcinanie płytki której pobocznicą zawierała warstwę utwardzonej żywicy zapobiegającej szczybieniu krawędzi.

(_) - pogrubiony tekst komentarza wyróżnia płytki, które nadawały się do dalszej obróbki.

Łatwo zauważyć, że w płytkach grubszych od 1 mm nie powstawały pęknięcia, natomiast w grupie płytek z przedziału 0.8 - 1 mm część ich była wadliwa. Uzyskanie nieuszkodzonych płytek szafirowych o grubościach mniejszych od 600 μm było praktycznie niemożliwe przy stosowanych warunkach pracy piły IDS 22 z tarczą o wewnętrznej krawędzi diamentowej, tzn. przy prędkościach krawędzi ostrza 12 - 16 m/s, szybkościach cięcia 0.13 - 0.4 mm/min, obrotach kryształu 12 - 26 obr./min oraz intensywności chłodzenia 4 -12 l/min. Kojarząc ten wniosek z testami Meyer- Burgera (MB), w których w ogóle nie podjęto prób cięcia płytek cieńszych od 960 μm , postawiono zasadnicze pytanie „czy plastyczne własności i doskonałość struktury szafiru, w połączeniu z zastosowaną techniką rozkroju nie stanowią generalnego ograniczenia co do możliwości realizacji wydajnego cięcia cienkopłytkowego czyli otrzymania płytek *as cut* o grubości ≈ 0.5 mm”. Żeby odpowiedzieć na to pytanie należało oszacować naprężenia działające na kryształy cięte w IKZ i w MB. Gdyby naprężenia te były porównywalne wtedy źródła ograniczeń mogły tkwić po stronie cech kryształu, jeżeli natomiast były wyraźnie różne, to przyczyn należało upatrywać raczej po stronie indywidualnych cech pił.

3.3.2. Rachunkowa ocena sił tarcia pomiędzy kryształem a krawędzią tnącą

Obwodowa siła tarcia T działająca w układzie kryształ-krawędź jest proporcjonalna do:

- współczynnika tarcia f nasypu niklowo-diaamentowego o szafir,
- prędkości względnej v stykających się ciał (zmiana współczynnika tarcia),
- nacisku N krawędzi na kryształ.

Według danych zawartych w raportach z IKZ i MB obie próby były wykonywane z zastosowaniem podobnych nasypów (szerokość krawędzi tarcz, wielkość i koncentracja diamentu). Dlatego można przyjąć identyczność współczynników f w obu próbach. Prędkość względna krawędzi diamentowej i kryształu zależy od bieżącej głębokości nacięcia szafiru. Oczywiście jest ona najwyższa w momencie początkowego kontaktu krawędzi z kryształem, tzn. gdy odległość miejsca tego kontaktu od osi obrotu kryształu jest równe promieniowi q kryształu. Podobnie, w pobliżu tego promienia sytuuje się najdłuższy odcinek δ kontaktu trących o siebie ciał. Znając długość δ można przyjąć, że siła nacisku N jest proporcjonalna do iloczynu $(v \cdot \delta)$, gdzie v jest prędkością cięcia. W rezultacie siłę T możemy przybliżyć następującą zależnością:

$$T \sim f \cdot v \cdot v \cdot \delta$$

Stosunek η siły tarcia w próbie MB do siły tarcia w próbie IKZ wymaga obliczenia następującego wyrażenia:

$$\eta = (v \cdot v \cdot \delta)_{MB} / (v \cdot v \cdot \delta)_{IKZ} \quad (1)$$

w którym kluczową rolę odgrywa znajomość odcinków δ . Oczywiście chodzi o wyznaczenie maksymalnych długości tych odcinków, ponieważ takim odcinkom odpowiadają maksymalne siły tarcia. Odcinki te wypadają w pobliżu pobocznic wałków, a wiadomo, że miejsca przyścienne kryształów są korzystniejsze do inicjacji i rozwoju deformacji plastycznych. W pierwszej kolejności rozpatrzono prostszy przypadek cięcia 1" wałka w IKZ, a następnie cięcia 3 sztuk 2" wałków sklejonych bokami w MB.

3.3.3. Ocena maksymalnej długości odcinka kontaktu krawędzi piły z 1" obracającym kryształem szafiru

W czasie cięcia obracającego się kryształu „punkt” bieżącego kontaktu tarczy z kryształem zakreśla spiralę Archimedesesa. Równanie tej krzywej we współrzędnych biegunowych związanych z osią obrotu kryształu ma następującą postać:

$$\rho = (a/2\pi) (2\pi n - \varphi) \quad (2)$$

gdzie ρ jest bieżącym promieniem spirali, φ bieżącym kątem liczonym od pionowej osi przechodzącej przez oś obrotu kryształu, n jest sumaryczną liczbą zwojów spirali zakreślonych w pełnym czasie cięcia. Najdłuższy odcinek δ kontaktu krawędzi z kryształem wypada w momencie wykonania pierwszego obrotu przez kryształ. Odcinek δ odpowiada temu fragmentowi krawędzi tarczy, który spina końcowy punkt pierwszego zwoju spirali z drugim punktem (wcześniejszym) przecinania tego zwoju przez aktualny bieg krawędzi tarczy (Rys.9). Dla kolejnych coraz „głębszych” zwojów spirali poszczególne odcinki będą coraz krótsze, co schematycznie pokazano na przykładzie łuku δ' .

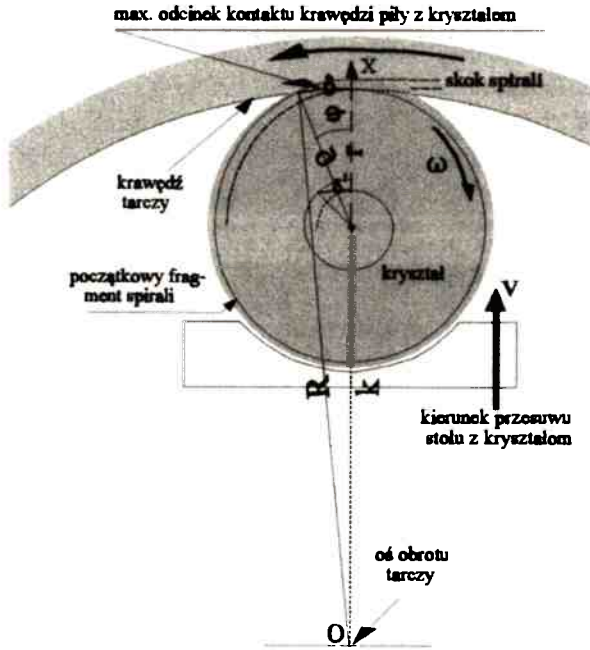
Dla odcinka δ zachodzi następująca zależność pomiędzy promieniem R krawędzi tarczy, a promieniem q spirali w punkcie wcześniejszym oraz bieżącą odległością k pomiędzy osią obrotu tarczy i kryształu:

$$\rho^2 + 2\rho k \cos\varphi + k^2 = R^2 \quad (3)$$

Łącząc (2) z (3) wyznaczono równanie przestępne na wartość kąta φ w punkcie wcześniejszym:

$$\varphi = (2\pi/a) [na + k \cos\varphi + R^2 - k^2]^{1/2} \quad (4)$$

Równanie powyższe można rozwiązać metodą iteracji. Przyjmując następujące wartości, charakterystyczne dla próby w IKZ: $v = 0.3$ mm/min, $\omega = 26$ obr./min (obroty kryształu), $R = 117$ mm, $r = 12.7$ mm, $a = (v/\omega) = 0.011$ mm, $k = R - r + a = 104.311$ mm, $n = r/a = 1155$ otrzymano następującą wartość kąta $\varphi = 2.517^\circ$ (0.043929 rad), który określa wartość promienia w punkcie przecięcia spirali przez krawędź tnącą $q = 12.6999$ mm.



Rys.9. Usytuowanie tarczy względem kryształu w momencie wyznaczenia najdłuższego odcinka kontaktu krawędzi tarczy z ciętym wałkiem.

Fig.9. Crystal and blade configuration when a immediate contact length between them is the longest.

Długość odcinka δ wyznaczono z równania:

$$\delta = R \cdot \arcsin (q \sin \varphi / R) \quad (5)$$

Po podstawieniu stosownych wartości otrzymamo $\delta_{IKZ} = 0.558$ mm. Jak widać odcinek ten jest bardzo krótki. Porównując go np. z maksymalnym odcinkiem kontaktu tarczy z kryształem, w przypadku cięcia 1" wałka bez jego obrotu, uzyskano stosunek długości = 46 mm. Wynik ten wyraźnie pokazuje jak wprowadzenie obrotów kryształu radykalnie skraca długość kontaktu krawędzi z kryształem. Skrócenie to ma kluczowe znaczenie dla efektywności tej metody cięcia. Po pierwsze, ułatwia odprowadzanie urobku szafirowego z uwagi na lepszą możliwość penetracji chłodziwa do krótszej strefy kontaktu krawędź - kryształ. Po drugie dopuszcza stosowanie większych naciśków na krawędź tnącą z uwagi na wąski zakres rozciągłości indukowanych sił nie prowadzących do poosiowej (bocznej) deformacji tarczy. Po trzecie, wzrost naprężeń działa samooczyszczająco na bieżnik diamentowy.

3.3.4. Ocena maksymalnej długości odcinka kontaktu krawędzi piły z pakietem 3 sztuk 2" wirujących wałków, sklejonych bokami

Geometrię tego przypadku pokazano na Rys.10. Trzy kryształy, sklezione pobocznymi powierzchniami tworzącymi, rotują wokół osi O' okręgu stycznego, opisanego na podstawach kryształów. Przy wyznaczeniu maksymalnego odcinka kontaktu z pierwszym z kryształów postępuje się podobnie jak poprzednio. Najpierw wyznaczono długość odcinka δ' hipotetycznego kryształu o takim promieniu, który równa się promieniowi γ okręgu opisanego na podstawach trzech sklejonych brył (wzory: 2-5), a następnie liczący odcinek δ kontaktu ostrza piły z „pierwszym” rotującym walcem:

$$\delta = \delta' (K + r \cos \beta) / R \quad (6)$$

odcinek ten jest nieco krótszy od δ' , przy czym:

$$\cos \beta = \{-K^2 \sin^2 \alpha + [K^2 \sin^4 \alpha + r^2]^{1/2}\} / r$$

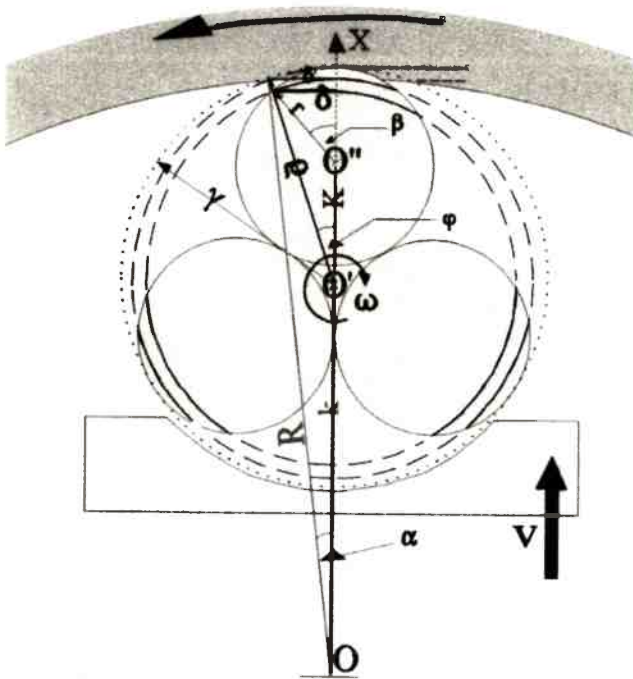
a kąt α równy jest $\arcsin[(q \sin \varphi) / R]$.

Znaczenie poszczególnych symboli wyjaśnia Rys.10. Przyjmując następujące wartości dla próby w MB: $v = 1.2$ mm/min, $\omega = 240$ obr./min (obroty kryształu), $R = 152.4$ mm, $r = 25.4$ mm, $a = (v/\omega) = 0.005$ mm, $\gamma = 54.7294$ mm, $k = R - \gamma + a = 97.6756$ mm, $n = \gamma/a = 10945.88$, $K = R - r + a = 127.005$ mm (odległość między osią obrotu tarczy, a środkiem pierwszej bryły po wykonaniu pierwszego obrotu przez pakiet kryształów), otrzymano następujące wartości: $\varphi = 0.966133^\circ$ (.0168628 rad), $q = 54.72863$ mm, $\bar{d} = 0.9228$ mm, $\alpha = 0.346935^\circ$, $\beta = 12.51^\circ$, $\delta_{MB} = 0.9192$ mm.

Podstawiając do wzoru (1) odpowiednie prędkości oraz wyznaczone długości odcinków δ otrzymano:

$$\eta = (v \cdot v \cdot \delta)_{MB} / (v \cdot v \cdot \delta)_{IKZ} = ((15.6 + 1.4 \text{ m/s}) \cdot 1.2 \text{ mm/s} \cdot 0.919) / ((12 + 0.03 \text{ m/s}) \cdot (0.3 \text{ mm/s}) \cdot 0.56 \text{ mm}) \approx 9$$

wartość siły tarcia prawie o rząd większy dla warunków cięcia w MB. Stosunek naprężeń w obu układach odpowiada ilorazowi $(v \cdot v)_{MB} / (v \cdot v)_{IKZ}$ i wynosi 5.6. Skoro więc przy wyraźnie wyższych naprężeniach można było uzyskać całą partię 1 mm nieuszkodzonych płytek w próbie MB to przy zmniejszonych naprężeniach powinna istnieć realna szansa wykroju cieńszych krążków. Dlatego zjawisko pęknięcia płytek w próbie IKZ należało kojarzyć albo z gorszą pracą piły IDS 22 (drżania urządzenia, bicie tarczy) w porównaniu do piły TS202, albo gorszą jakością kryształu poddanego próbie cięcia. Jednak pierwsza ewentualność wydaje się mniej prawdopodobna z uwagi na dobry stan piły IDS 22 oraz mniejszą średnicę jej przecinaka (1.3x) w stosunku do stosowanej na pile TS 202.

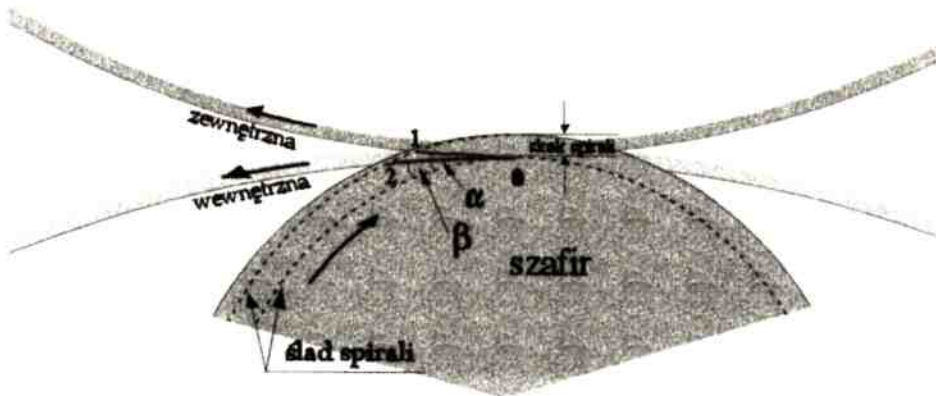


Rys.10. Usytuowanie tarczy względem trójki kryształów w momencie wyznaczenia najdłuższego odcinka kontaktu krawędzi tarczy z pierwszym z nich.

Fig.10. Three crystals set and blade configuration when a contact length between cutting edge and one of a boule is the longest.

3.3.5. Cięcie wirującego kryształu zewnętrzną krawędzią diamentową - metoda własna

Rachunkowo-wykreślna analiza odcinka kontaktu tarczy z szafirem nasunęła autorom pracy pomysł dodatkowego skrócenia tego fragmentu przy równoczesnym wzroście średniego kąta natarcia krawędzi na kryształ. Idea pomysłu polegała na zastąpieniu tarczy z wewnętrzną krawędzią tnącą tarczą z zewnętrzną krawędzią. Porównanie obu odcinków, dla takich samych promieni tarcz i identycznych parametrów spirali pokazano na Rys.11. Efekt skrócenia kontaktu wynika przede wszystkim z przeciwnego znaku krzywizny krawędzi tnących w stosunku do krzywizny spirali (w poprzednich układach obie linie miały ten sam znak krzywizny). Równocześnie widoczny jest wzrost średniego kąta natarcia ostrza na obrabiany materiał. Dla krawędzi zewnętrznej kąt ten jest zbliżony do zaznaczonego kąta α , który musi być większy od kąta β związanego z tarczą tnącą wewnętrzną krawędzią. Obie powyższe zmiany sprzyjają efektywniejszemu odprowadzaniu urobku i ciepła z krawędzi zewnętrznej.



Rys.11. Porównanie odcinków kontaktu i kątów natarcia krawędzi tarcz diamentowych z ciętym, obracającym kryształem.

Fig.11. Comparison of contact length intervals and tool rakes of diamond blade edges (ID and OD) with rotating crystal in a course of cutting operation.

Możliwości modyfikacji układów do cięcia krawędzią zewnętrzną są na ogół zdecydowanie prostsze z uwagi na nieskomplikowany system mocowania tarcz w uchwytach takich pił. Podobnie, koszty takich zmian są z reguły zdecydowanie niższe. Istotny problem stanowi natomiast wyposażenie pił cięcia krawędzią zewnętrzną w przystawki umożliwiające obrót kryształów. Z dostępnych w ITME (Z-18) specjalizowanych pił żadna nie nadawała się do takich modyfikacji. Dlatego nie pokładano szczególnych nadziei w pierwszych próbach cięcia szafiru, które rozpoczęto na tokarce (typ 16K20) wykorzystywanej uprzednio do obtaczania kryształów. W tym przypadku uzbrojono nasadkę szlifierską PRAe-100 w tarczę z zewnętrzną krawędzią diamentową produkcji krajowej FN.VIS typ S5010 : 150 x 1.2 x 20 z nasypem SD80/63 M100. Jest to narzędzie o prostokątnym przekroju (1.2 mm x 5 mm) krawędzi tnącej osadzonej na stalowym (1 mm) rdzeniu tarczy przy pomocy spoiwa z brązu. Przystosowanie tarczy do współpracy z nasadką szlifierską wymagało wykonania nowej osłony tarczy, tj. pierścienia dystansującego dla wałka wrzeciona oraz dwóch podkładek dociskowych tarczy. Średnica zewnętrzna podkładek wynosiła 55 mm co przy tarczy $\varphi = 150$ mm dopuszczało cięcie na głębokość ~ 45 mm. Przy nominalnej prędkości wrzeciennika 6600 obr./min prędkość obwodowa krawędzi tnącej była równa 52 m/s.

Bardzo ważnym zabiegiem było zminimalizowanie „bicia” poosiowego krawędzi tarczy. Wymagało to starannej selekcji tarczy oraz wielokrotnych prób zmiany ułożenia tarczy względem obejm dociskowych, stosowania dodatkowych podkładek z folii aluminiowej oraz regulacji siły docisku obejm. W najlepszych przypadkach udawało się ograniczyć amplitudę wychyleń wolnoobrotowych krawędzi do 120 μm . Drugą, równie ważną czynnością było ustawienie płaszczyzny tarczy prostopadle do osi obrotów kryształu. Chodziło o to, aby podczas promieniowego zanurzenia się tarczy w

głęb krysztalu ruch ten był ograniczony do „wąskiej warstwy” płaszczyzny pionowej. W tym przypadku realizowano następującą procedurę. Najpierw mierzono współrzędne przedniego położenia krawędzi tarczy przy pomocy czujnika mikrometrycznego, gdy tarcza znajdowała się przed kryształem, a następnie przesuwano suport z tarczą tak, żeby przeciwna krawędź tarczy trafiła na koniec czujnika. Mierzono współrzędną tego fragmentu i ponownie współrzędną poprzedniego fragmentu krawędzi po obrocie tarczy o 180° . Następnie starano się zminimalizować różnicę współrzędnych wybranego miejsca krawędzi w przednim i tylnym położeniu suportu poprzez umieszczanie cienkich podkładek między podstawą korpusu nasadki i stolikiem suportu tokarki. Procedurę przerywano, gdy różnice były mniejsze od $20\ \mu\text{m}$.

Przed obróbką przyklejono 1" kryształ szafiru ścianą (0001) do wałka stalowego mocowanego w szczękach uchwytu tokarki. Zastosowano żywicę epoksydową Epidian 57 starając się przykleić kryształ tak, żeby po zamocowaniu obracał się w osi uchwytu tokarskiego. Próby przecinania rozpoczęto rotując kryształ z prędkością 63 obr/min, przesuując tarczę promieniście z prędkością - 2 mm/min i chłodząc obszar obróbki borolejem (6 l/min). Prędkości te generowały rozkrój spiralny ze skokiem 0.031 mm. Pierwsze odcięcie płytki o grubości 1.6 mm było udane. Gładkość uzyskanej powierzchni była dobra, a krawędzie bez widocznych wykruszeń. Próbką była o $17\ \mu\text{m}$ grubsza w środku niż przy obwodzie. W kolejnych cięciach zmniejszano grubość uzyskując niepopękane krążki 1.2, 1.0, 0.9 i 0.8 mm, natomiast dwie kolejne płytki o grubościach 0.7 i 0.75 zawierały po kilka krótkoodcinkowych spękań w pobliżu krawędzi zewnętrznej. Udany wynik próby uzasadniał rozpoczęcie kompleksowych badań oceny wydajności tej metody cięcia. Podstawowym celem próby było zminimalizowanie odpadów. Dlatego też wykonano kilka cykli cięć testując różne grubości płytek (1.2, 0.8, 0.6 mm), różne tarcze diamentowe, ograniczając prędkości natarcia krawędzi diamentowej do 1.5 mm/min oraz optymalizując chłodzenie układu. Wyznacznikiem dokonywanych wyborów były ocena uszkodzeń oraz wartość TTV płytek. Po dogłębnej analizie ww. wyników uznano, że najlepsze rezultaty zapewnią stosowanie następujących warunków:

- | | |
|-------------------------------------|---|
| a. typ tarczy | - VIS typ S 5010:150 x 0.8 x 20 z nasypem SD80/63 M100, |
| b. prędkość liniowa krawędzi tarczy | - 52 m/s (max. dopuszczalna dla szlifierki), |
| c. prędkość obrotowa kryształu | - 80 obr./min, |
| d. kierunek obrotu kryształu | - przeciwbieżny z tarczą, |
| e. szybkość cięcia | - 1.5 mm/min (minimalna dla posiadanej tokarki), |
| f. chłodzenie | - olej maszynowy 10+ woda (2:1) wydajność 4 l/min, |
| g. ostrzenie tarczy | - co ósma i co czwarta płytka 1" i 2", odpowiednio. |

Warunek *b* zapewniał najlepszą poosiową stabilność obrotów tarczy co owocowało zawężaniem szczeliny rozkroju. Prędkość obrotowa kryształu wynikała z warunku *c* oraz automatycznego przesuwu suportu tokarki. Parametry *c* i *e* wyznaczały cięcie spiralne ze skokiem 18.75 μm . Zaobserwowano również pojawienie się świecenia krawędzi tnącej przy ograniczeniu chłodzenia do około 2 l/min. Wprawdzie nie stwierdzono wyraźnego zaszlichciana nasypu diamentowego, ale po 4 kolejnych cięciach rejestrowano wzrost lub zmianę znaku wartości TTV płytki. Zachowanie to było nietypowe w porównaniu do płytek 1" dla których zawsze uzyskiwano koncentryczny wzrost grubości od +5 do +25 μm w kierunku do środka krążka. Odwrócenie spadku grubości, podobnie jak w testach z wewnętrzną krawędzią tnącą (Tab.4), wiązało się prawdopodobnie z częściową degradacją ostrości krawędzi, ponieważ zjawisko ustępowało po podostrzeniu nasypu tarczy. Podczas prób potwierdzono odwrotną zależność pomiędzy grubością, a wartością TTV płytki. Pewnej metodyki postępowania wymagało zawężenie różnic grubości pomiędzy płytkami z uwagi na małą dokładność regulacji poosiowego skoku tarczy (elementarna działka przesuwu suportu wynosiła 50 μm). Ograniczenie rozrzutu grubości do 40 μm uzyskano po wprowadzeniu dodatkowego czujnika mikrometrycznego przy pomocy którego można było dokładniej odmierzać poosiowy przesuw suportu. Stosowanie powyższych parametrów pozwalało osiągnąć uzysk 80% nieuszkodzonych płytek w 10 elementowych partiach 2" krążków szafirowych o grubości 0.7 ± 0.020 mm i ponad 90% uzysk dobrych 1" płytek o grubości 0.6 ± 0.020 mm. W obu przypadkach tracono warstwę ~850 μm szafiru na każdy krążek.

W Tab.5 przedstawiono szczegółowe dane cięcia 2" płytek w etapie wdrożeniowym. W pierwszym wierszu podano kolejny numer cięcia, w drugim grubość płytki w obszarze środkowym, a w czterech następnych grubości przykrawędziowe. TTV odpowiadało maksymalnej różnicy grubości pomiędzy środkiem, a brzegiem płytki.

Pewną wadą cięcia pojedynczego kryształu było pozostawianie „punktowego” gradu na płycie w miejscu i momencie odpadania krążka od bryły. Naddatek ten powstawał na skutek pęknięcia przewężenia - szyjki łączącej krążek z kryształem. Naddatek usuwano łatwo z czoła wałka kontynuując przesuw tarczy, natomiast niwelowanie gradu na płycie wymagało bardzo delikatnej obróbki w pierwszej fazie szlifowania powierzchni krążka. Oczywiście problem gradu nie występuje podczas równoczesnego cięcia trzech wałków sklejonych w stos (Rys.10).

3.4. KRAWĘDZIOWANIE PŁYTKI

Rozpoznawcze próby fazowania brzegów płytek (krawędziowania), czyli formowania wąskiej, stożkowej ścianki wzdłuż obu krawędzi krążka wykonano w wodnej zawieszynie proszku diamentowego SD PDSM 63/53 μm . Zawiesinę rozprowadzano na sferyczno-wklęsłej szalce mosiężnej dopasowanej wymiarami do średnicy płytki. Płytkę dociskano ręcznie do rotującej powierzchni szali. Sposób ten jednak okazał się

Tabela 5. Wartości TTV dziesięciu kolejnych 2" płytek szafiru ciętych wg opracowanej metody.

Table 5. The TTV values of ten subsequent 2" wafers get by means of OD cutting using OD rotating ingot method.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
rodek	715	705	713	705	709	711	718	713	699	680
brzeg 1	701	697	710	714	704	701	703	713	715	690
brzeg 2	696	672	712	705	697	703	711	717	725	712
brzeg 3	689	689	707	706	692	714	713	721	728	723
brzeg 4	694	681	716	706	701	706	712	724	695	694
TTV	+ 26	+ 33	+ 6	- 9	+ 17	+ 10	+ 15	- 11	- 29	- 43

mało wydajny. Uzyskanie jednostronnej fazki o szerokości $0.2 \div 0.3$ mm wymagało ponad jednogodzinnej obróbki oraz prowadziło do szybkiej degradacji (wyrobienia) wklęsłej powierzchni szalki. W tej sytuacji zdecydowano się przetestować skuteczność krawędziowania maszynowego. Niestety żadna z dostępnych krawędziarek automatycznych nie była dostosowana do obróbki 1" płytek. Pewnym wyjściem mogło być zaadaptowanie półautomatycznego urządzenia, skonstruowanego w ITME w latach 80., stosowanego do fazowania 3" płytek kwarcu i niobianu litu. Adaptacja wymagała zmniejszenia średnicy uchwytów, poprawy wycentrowania oraz regulacji docisku mocującego płytkę jak również zwiększenia i wypoziomowania obrotów płytki i ściernicy. Zmodernizowane urządzenie okazało się bardzo wydajne. Zdjęcia układu kinematycznego krawędziarki pokazano na Rys.12-13.

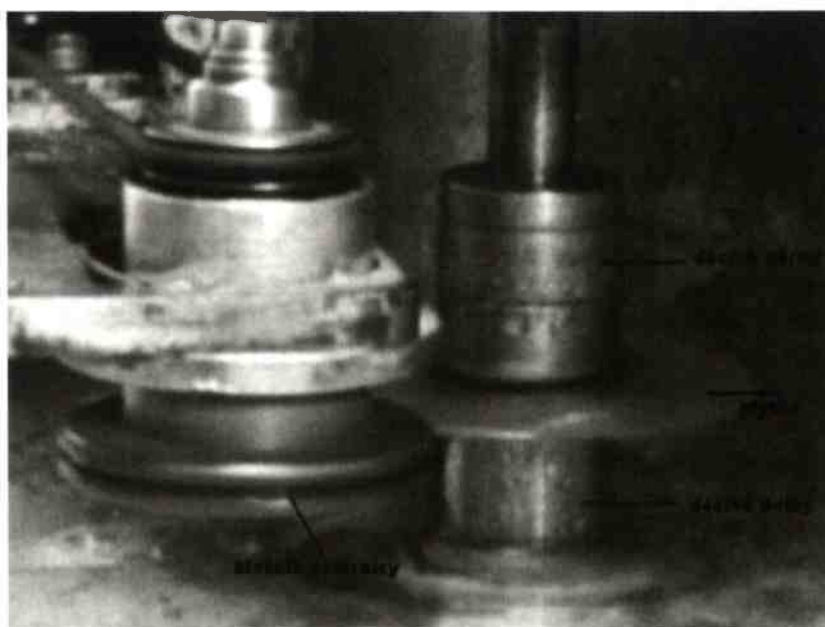
3.5. WYRÓWNUJĄCO-POCIENIAJĄCE SZLIFOWANIA POWIERZCHNI PŁYTKI

W celu uzyskania płaskorównoległości obu czoł płytek poddawano je szlifowaniu ściernicą płaską. Osiągnięcie równoległości powierzchni wymagało uprzedniego przygotowania krążka szlifierskiego polegające na oznakowaniu powtarzalnego sytuowania szali na stole szlifierki oraz przeszlifowaniu powierzchni tej szali w takim ustawieniu. Rolę szlifierki stołowej spełniała piła TS-33, w której piłę diamentową zastąpiono ściernicą korundową o wymiarach $125 \times 13 \times 20$ mm. Jako krążek szlifierski wybrano krążek duralowy ($\varphi = 135$ mm), który trwale przykręcono do płytki uchwytowej mocowanej na stole piły. Następnie wykonano „zabielenie” (przeszlifowanie) całej powierzchni górnej strony szali.



Rys.12. Układ kinematyczny krawędziarki do półautomatycznego szlifowania obu krawędzi płytki szafirowej.

Fig.12. Edging machine set-up for semiautomatic both side contour grinding of sapphire wafer edge.



Rys.13. Wzajemne usytuowanie ściernicy i płytki w procesie krawędziowania.

Fig.13. Configuration of edge grinding wheel and sapphire wafer during contour grinding operation.

Na tak przystosowany krążek naklejano płytki szafirowe gradem do góry. Klejenie wykonywano na ciepło przy pomocy smoly polerskiej dociskając mocno krążki do szali. Na szali rozmieszczono 10 sztuk płytek 1" albo cztery sztuki 2". Następnie indywidualnie usuwano grad z każdej płytki. W tym celu ustawiano nieogrodzony obszar krążka pod ściernicą diamentową (VIS 100 x13 x4 x 20), którą mocowano na wrzecionie piły. Ściernica posiadała nasyp diamentowy (SD 63/53 M75) w spoiwie metalicznym (brąz). Przed właściwą operacją regulowano wysokość zderzaka, pionowego ruchu wrzeciona, tak żeby zatrzymał on przesuw ściernicy na poziomie odsoniętej powierzchni danej płytki. W czasie szlifowania ściernica wirowała oraz obniżała się z prędkością 0.5 mm/min. Powyższa procedura zapewniała płynne niwelowanie nadmiaru materiału nie powodując powstawania wyrw.

Po zebraniu gradu rozpoczynano wyrównywanie powierzchni płytek. Tym razem ściernica wirowała w miejscu, a stół z płytkami przesuwiał się pod nasypem z prędkością 2 mm/min. Za każdym przejściem zeszlifowywano warstwę szafiru o grubości 10 - 15 μm i szerokości 20 mm. Wyrównanie wszystkich płytek wymagało wykonania 7 - 8 przejść. W ten sposób sukcesywnie usuwano $\sim 70 \mu\text{m}$ od tylnej strony płytki, a po przeklejeniu krążka, 40 μm od strony przedniej. Operację przeklejania poprzedzało wygładzające szlifowanie danej strony.

3.6. WYGŁADZAJĄCE SZLIFOWANIA POWIERZCHNI PŁYTKI PRZEZNACZONEJ POD EPITAKSJE

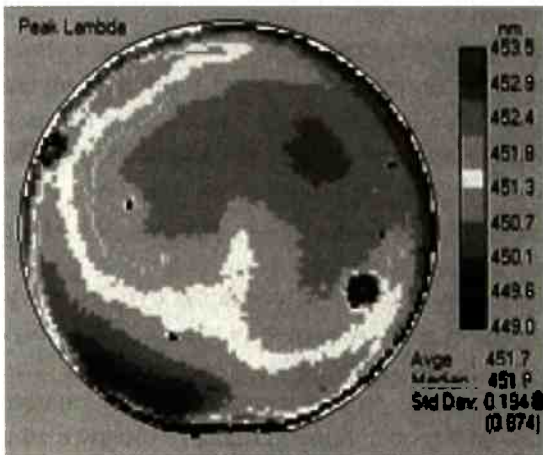
Wygładzające procesy szlifierskie były różne dla obu stron płytki. Zgodnie z logiką najpierw obrabiano tylną stronę płytki zaraz po szlifie wyrównującym. Proces wygładzania polegał na szlifowaniu danej strony na płaskiej tarczy żeliwnej ($\varphi = 135 \text{ mm}$) zwilżanej zawiesiną 20/14 μm syntetycznego mikroziarna diamentowego (Ilyich Abrasive, Ukraina). Medium płynne zawiesiny (75%) stanowił W Extender (Diatechnics, Dania) podtrzymujący rozdrobnienie cząstek diamentu w zawieszynie. Obróbkę prowadzono przy pomocy krajowej szlifierko-polerki SP -300 dociskając ręcznie szalę z płytkami do tarczy wirującej z prędkością 100 obr/min. Proces prowadzono do momentu usunięcia drobnych śladów bieżnika ściernicy powstałych podczas poprzedniego szlifowania. W praktyce wymagało to zebrania warstwy przypowierzchniowej o grubości $30 \div 40 \mu\text{m}$ i zajmowało od 2 do 4 godzin zależnie od liczby i typu płytek rozmieszczonych na uchwycie. Drugą stronę szlifowano dwustopniowo w tych samych warunkach najpierw proszkiem diamentowym, identycznym jak dla strony tylnej a następnie mikroziarnem azotku boru Micron + ABN ($10 \div 20 \mu\text{m}$) firmy De Beers. Następnie usuwano warstwę o grubości co najmniej 60 μm co wymagało przeciętnie 10 godzin pracy.

3.7. JEDNOSTRONNE POLEROWANIE PŁYTKI

Mechaniczno-chemiczną obróbkę polerską wykonywano na polerce produkcyjnej SpeedFam 48" umożliwiającej zastosowanie dużych nacisków na płytki. Krążki szafirowe naklejano peryferyjnie na 18" szale uchwytowe przy pomocy płynnego wosku Waffix. 1 lub 3 ml kroplę wosku наносono pipetą na każdą płytkę wirującą z prędkością 700 obr./min. Spoinę kleju utwardzane go przez 30 minut pod naciskiem 4 bar w temperaturze 120°C. Grubość spoiny nie przekraczała 10 µm. Po zamocowaniu szali na stacji dociskowej polerki rozpoczynano proces obróbki. Obróbkę prowadzono na włókninie poliuretanowej Politex Supreme (Rodel-USA) związanej wodnym roztworem krzemionki koloidalnej Sizol 030 (Sizol + KCl + NaOCl). Nacisk na płytki wynosił od 2 do 3 bar. Prędkości obrotowe krążków polerskich i tkaniny wynosiły odpowiednio 4 i 60 obr/min. Powyższe warunki zapewniały wytłuszczenie czoła płytki po ~5 godzinach. Proces kontynuowano do momentu usunięcia co najmniej 40 µm warstwy szafiru. Sumaryczny czas obróbki sięgał 12 godzin. Odklejanie krążków wykonywano na stole zamrażarki (- 30°C) poprzez wykorzystanie różnicy skurczu temperaturowego szafiru i krążka polerskiego (Al). Płytki myto dwustopniowo najpierw na ciepło w acetonie i parach izopropanolu, a następnie w automatycznej myjce szczotką zwilżaną wodnym roztworem detergentu.

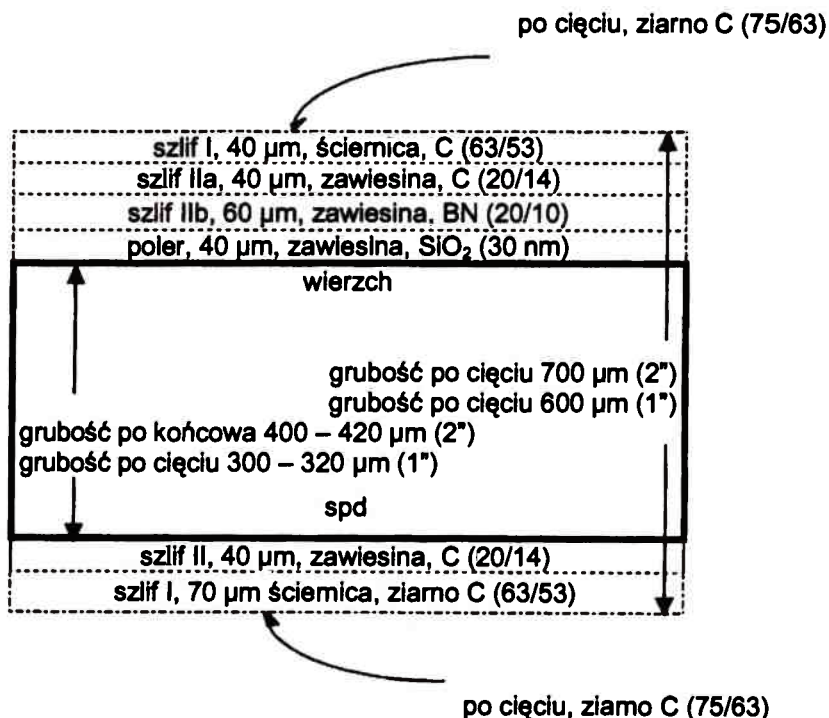
4. KONTROLA PARAMETRÓW PŁYTEK

Kształt i średnice płytek pokazano na Rys.14. Końcowe grubości płytek sytuowały się w przedziale 300 ÷ 420 µm. Rozkład grubości poszczególnych warstw usuniętych w operacjach szlifiersko polerskich pokazano na Rys.15. Obok grubości podano typ i przeciętne rozmiary cząstek zawiesiny ścierniej lub polerskiej, którą stosowano do obróbki danej warstwy [10].



Rys. 14. 1" i 2" podłoża szafirowe.

Fig.14. 1" and 2" sapphire substrates.



Rys.15. Rozkład grubości warstw usuniętych w operacjach szlifiersko-polarskich.
Fig.15. Thicknesses of layers removed during lapping and polishing operations.

Zarówno 1" jak i 2" podłoża spełniały jakościowe wymagania powierzchni. Strony polerowane nie zawierały jamek. Obecność zapolerowanych rys była rzadka również w pierścieniu przykrawędziowym wolnym od wykruszeń. Rentgenowska kontrola dezorientacji potwierdziła, że odchylenia centralnych obszarów płytki od płaszczyzny (0001) mieściły się w zakresie 60 minut kątowych.

W trakcie formułowania założeń do projektu celowego "Technologia wytwarzania podłożowych płytek z szafiru" określono zamierzony poziom produkcji płytek jako równy 2400 sztuk przyjmując, że wydajność ta odpowiada sumarycznej rocznej wielkości produkcji płytek 1" i 2" w stosunku ilościowym 2:1. Podana liczba odpowiadała mniej więcej 30%-ej zdolności produkcyjnej 3" płytek kwarcowych ITME i zgadzała się z procentowym stosunkiem współczynników twardości kwarcu (700 Knoop) do szafiru (2200 Knoop).

W trakcie realizacji projektu przekonano się, że założenie to było zbyt wygórowane. Okazało się, że czasochłonność prac szlifierskich zapewniająca otrzymywanie płytek o odpowiedniej równoległości czół (parametr 4, wg karty projektu) nie może być liczona jako odwrotnie proporcjonalna do stosunku twardości ww. materiałów. Na podstawie wykonanej partii prototypowej oceniono, że nakłady czasowe związane

płytek kwarcowych. Dlatego uznano za celowe urealnienie wydajności produkcji do poziomu 1000 płytek rocznie w ww. przedziale ilościowym

5. WNIOSKI

1. W aspekcie wzrostu kryształów kluczowym problemem okazało się zbudowanie odpowiedniego układu termoizolacyjnego generującego niskogradentowe pole temperatur nad cieczą i wewnątrz rosnącego szafiru. Zastosowanie relatywnie dużego, czynnego dogrzewacza irydowego okazało się wysoce efektywne ponieważ wyeliminowało ponadkrytyczne promieniste spadki temperatury odpowiedzialne za mnożenie dyslokacji i kreacje obszarów mozaikowych.
2. W zakresie obróbki najtrudniejszą operacją okazało się ciecienie monokryształu na płytce. Problem ten rozwiązano minimalizując odcinek bieżącego kontaktu krawędzi tnącej z kryształem (< 1 mm) oraz maksymalizując kąt natarcia krawędzi na wałek szafirowy. Okazało się, że w takim przypadku cienka tarcza diamentowa ulega zdecydowanie mniejszemu wyboczeniu, pomimo wielokrotnego zwiększenia jednostkowego nacisku, niż wtedy gdy nacisk ten jest stosunkowo mały ale rozkłada się na długim odcinku kontaktu krawędzi z kryształem. Równocześnie rozwiązanie to radykalnie ograniczało zjawisko zaszlichciania się krawędzi diamentowej urobkiem co pozwoliło na realizację cięć wielu płytek bez konieczności czyszczenia nasypu. Zaproponowany sposób zawęził grubości ciętych płytek do przedziału $0.6 \div 0.7$ mm poprawiając tym samym wydajność całego cyklu.
3. Najbardziej czasochłonnym zabiegiem obróbczym było pocieniająco-wyrównujące szlifowanie powierzchni podłoża przed polerowaniem z uwagi na szybką utratę płaskości szali szlifierki. Skrócenie tej operacji byłoby możliwe poprzez zmianę techniki szlifowania, tzn. zastosowanie precyzyjnej szlifierki czołowej z pionowym wrzeciennikiem ściernicy diamentowej o szerokim bieżniku. Brak takiego urządzenia w ITME stanowił główną przeszkodę do obniżenia kosztów i zwiększenia wydajności technologii.
4. Końcowe pomiary wykazały, że uzyskane podłoża spełniały wymagania w zakresie parametrów kształtu oraz jakości powierzchni przeznaczonej do epitaksji (Tab.2).

BIBLIOGRAFIA

- [1] Pajączkowska A., Reiche P., Klimm D.: Bulk growth of MgO , Al_2O_3 , $MgAl_2O_4$, $LiAlO_2$, $LiGaO_2$, $NdGaO_3$ and $SrLaGaO_4$. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, (w druku 2001)

- [2] Standard for 2 inch sapphire substrates, SEMI M3.2-91© SEMI M3-1296, 1978, 1993, 1996
- [3] Sapphire substrate for gallium nitride applications, Johnson Matthey Electronics USA
- [4] Łukasiewicz T., Kisielewski J., Hofman W., Świrkowicz M., Szyrski W., Kaczmarek B., Sass J., Mazur K., Wagner A.: Opracowanie warunków wytwarzania płytek szafiru (Al_2O_3) do zastosowania jako podłoże pod warstwy azotku galu (GaN), Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Warszawa 1999
- [5] Winter, Anwendungstechnische Information, „Trennen von Synthetischen Saphir $\Phi = 13 \text{ mm}$ in 1.2 mm starke Plattchen”
- [6] Jacksen N.: Materials and technology of wafering, *Solid State Technology*, July, 1985
- [7] Lane R.L.: ID slicing technology for large diameters, *Solid State Technology*, July, 1985
- [8] Büttner A.: Cutting sapphire with annular saw blades, *Industrial Diamond Review*, 37 1977, 2
- [9] Lux B.: Crystal Processing , Prospectus of IKZ, Berlin, 1998
- [10] PN-85/M-59108, Ścierniwo supertwarde, skład ziarnowy

GROWTH AND MACHINING OF 1" AND 2" OF SAPPHIRE CRYSTALS

This paper describes the crystallization conditions and the cycle of machining operation that lead to processing of as grown (0001) sapphire crystals into 1" and 2" epi-ready substrate wafers. On account of high melting temperature ($\sim 2054^\circ\text{C}$) and high hardness (2200 kG/mm^2) of sapphire material, several difficult technical problems had to be solved by applying an innovative approach. All work connected with crystal growth was aimed at reduction of temperature gradients above melt what could be achieved by using relative large active afterheater coupled with Ir crucible. On the other hand, slicing of crystal into thin wafers appeared to be the most difficult operation among all connected with machining. This difficulty was overcome by applying an original cutting technique that was based on minimization of current contact length between cutting edge and crystal and maximization of tool rake on sapphire cylinder. Above technique permits to reduce wafer thickness to $0.6 \div 0.7 \text{ mm}$ and allow to raise a yield of cycle considerably. The coarse and fine lapping operations of wafer faces were the most time consuming. All fabricated substrates showed proper shape and good quality of polishing surfaces.