

ДО ПИТАННЯ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ ДИФРАКЦІЇ НА ПОВЕРХНЯХ МОНОКРИСТАЛІВ ПАРАТЕЛУРИТУ

О.М.Юрійчук, Л.А.Проц, І.І.Чичура, К.П.Попович

Інститут електронної фізики НАН України,
вул. Університетська 21, Ужгород, 88000
e-mail: lahrots@mail.ru

Проведено рентгенодифрактометричні дослідження поверхонь монокристалів парателуриту при різних величинах порушеного приповерхневого шару, спричинених технологічними етапами механічної обробки. Отримано залежності дифракційного відбивання при скануванні $\theta/2\theta$ методом і методом гойдання. Виявлено, що запропонованими методами можна проводити оцінку якості приповерхневого шару.

Аналіз тенденцій світового розвитку по одержанню та застосуванню перспективних матеріалів для функціональної електроніки вказує на суттєве зростання зацікавленості у нових монокристалічних матеріалах. Відомо, що акустооптичні монокристали парателуриту все більше використовуються у нових областях науки і техніки, які інтенсивно розвиваються, а саме у телекомунікаційних системах зв'язку, системах спектральної фільтрації зображення, для візуалізації структури зображення та розпізнавання об'єктів та ін [1]. Разом з тим, для проведення багатьох фізичних досліджень і практичного застосування суттєву роль відіграє стан поверхні монокристалів, зокрема, товщина порушеного приповерхневого шару та характер спричинених у ньому внаслідок механічної обробки дефектів. Тому важливою є його оцінка на кожному технологічному етапі механічної обробки.

Загальновідомо [2], що механічна обробка призводить до деформації приповерхневого шару монокристалів, що проявляється в утворенні рельєфного та тріщинуватого шарів. При обробці монокристалів, особливо на початковій стадії (при розрізанні та шліфуванні крупним абра-

зивним матеріалом), під тріщинуватим шаром виникають напруження, які сприяють появі додаткових мікро- та макротріщин. У процесі подальшої обробки тонке шліфування та полірування дозволяє зменшити глибину порушеного приповерхневого шару, що приводить до зменшення шорсткості поверхонь робочих зразків. Відомо також [3, 4], що стан поверхневого шару та характер приповерхневих порушень, які утворюються в монокристалах при механічній обробці, впливають на інтенсивність рентгенівської дифракції та форму основних рентгенівських рефлексів. Отже, метою нашої роботи було вивчення можливостей застосування ряду методів рентгенівської дифракції для оцінки якості робочої поверхні монокристалів парателуриту на різних технологічних етапах механічної обробки.

Для проведення досліджень нами було підготовлено зразки монокристалів парателуриту з поверхнями, які відповідають основним кристалографічним площинам (100), (001) та (110). Кожна поверхня піддавалась послідовним технологічним етапам механічної обробки. На першому етапі поверхні шліфувались аб-

разивним електрокорундовим мікропорошком F 320, на другому - F 500. На 3 етапі поверхня оброблялась алмазним мікропорошком АСМ 5/3, на 4 етапі поверхню монокристалу парателуриту полірували алмазною пастою АСМ 2/1 на м'якій основі, а на 5 етапі проводили хіміко-механічне полірування (ХМП) з використанням розчину гідроксиду цезію. Після кожного технологічного етапу механічної обробки поверхонь монокристалів парателуриту проводився цикл рентгенодифрактометричних досліджень форми рефлексів (характеристичних кривих дифракційного відбивання) залежно від стану приповерхневих порушень.

Рентгенодифрактометричні дослідження проводилися з використанням установки ДРОН-2, в якій було використано рентгенівську трубку з мідним антикатодом [5]. Оскільки для монокристалів парателуриту рефлекси (криві дифракційного відбивання) від K_α та K_β – випромінювання чітко розділялись, то всі виміри проводили, використовуючи рефлекси від $Cu K_\beta$ -випромінювання, для якого практично відсутня мультиплетна структура, при вхідній і вихідній щілинах в 0,1 мм. Результати досліджень було отримано при використанні двох рентгенодифрактометричних методів – це сканування $\Theta/2\Theta$ методом (Θ – кут Брегга) та методом гойдання [6]. Після кожного етапу механічної обробки обома вищезгаданими методами було одержано форми характеристичних рефлексів для двох порядків дифракційного відбивання в околі точних кутів Брегга, які відповідають вказаним вище основним кристалографічним площинам.

Встановлено, що після першого та другого етапів обробки проявлялися рефлекси, які не відповідають характеристичним рефлексам основної площини. Побічні рефлекси практично не спостерігались після наступних етапів механічної обробки.

Залежно від етапів механічної обробки інтенсивності рефлексів відрізнялися в декілька разів, що не давало змоги забезпечити лінійність реєстрації. Після кожного чергового технологічного етапу механічної обробки умови експерименту могли змінитися у зв'язку з перестановкою зразка, що суттєво не впливало на результат вимірювання ширини рентгенодифрактометричних рефлексів.

Отримані експериментальні форми рефлексів апроксимувалися функцією Гауса, в результаті чого було одержано ширини на половині висоти. На рис. 1-3 наведено залежності отриманих ширин на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_\beta$ -випромінювання від етапів механічної обробки для поверхонь, які відповідають кристалографічним площинам (110), (100) та (001) при рентгенодифрактометричному скануванні $\Theta/2\Theta$ методом.

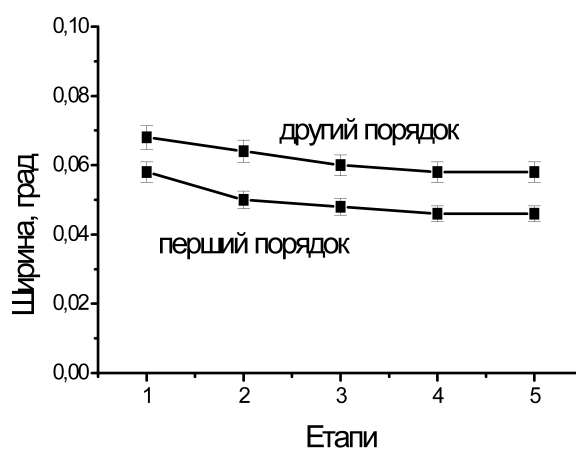


Рис. 1. Вплив етапів механічної обробки монокристалів парателуриту на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_\beta$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні $\Theta/2\Theta$ методом: перший порядок – рефлекс (110); другий порядок – рефлекс (220).

З одержаних результатів видно, що ширини рефлексів другого порядку відбивання більші за ширини рефлексів першого порядку. Аналіз отриманих спів-

відношень ширин різного порядку свідчить про те, що вони не є косинусоїдальними, тобто такими, які характерні при наявності значної кількості дрібнодисперсних структурних включень. А також не є тангенціальними, тобто такими, які спостерігаються при наявності неоднорідного розподілу міжплощинних віддалей. У зв'язку з цим можна стверджувати, що механічна обробка поверхонь монокристалів парателуриту в основному призводить до утворення значних порушень структури кристалічної ґратки. Оскільки на останньому етапі механічної обробки поверхонь монокристалу парателуриту ширини рентгенодифрактометричних рефлексів помітно зростають і суттєво збільшуються їхні інтенсивності, можна судити про значне зменшення порушень структури кристалічної ґратки.

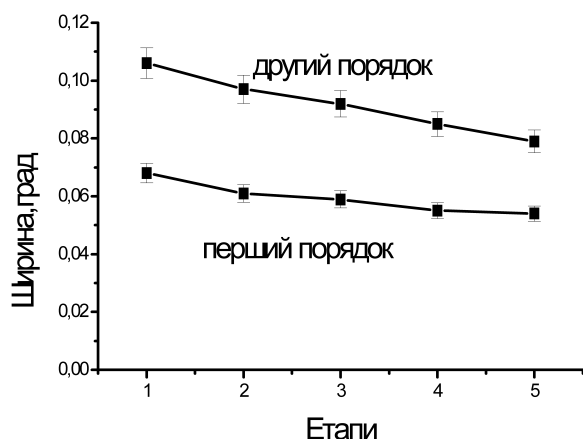


Рис. 2. Вплив етапів механічної обробки монокристалів парателуриту на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_{\beta}$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні $\theta/2\theta$: перший порядок – рефлекс (200); другий порядок – рефлекс (400).

На рис.4-6 наведено отримані залежності ширини на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_{\beta}$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні методом гойдання від етапів механічної обробки для поверхонь, що відповідають кристалографічним площинам (110), (100) та (001).

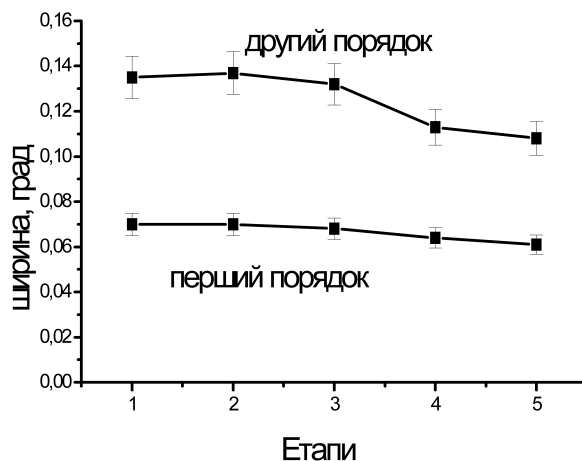


Рис. 3. Вплив етапів механічної обробки на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_{\beta}$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні монокристалів парателуриту $\theta/2\theta$ методом: перший порядок – рефлекс (004); другий порядок – рефлекс (008).

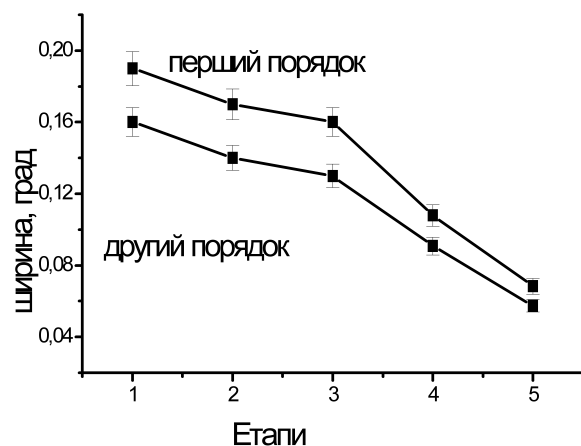


Рис. 4. Вплив етапів механічної обробки на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $Cu K_{\beta}$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні монокристалів парателуриту методом гойдання: перший порядок – рефлекс (110); другий порядок – рефлекс (220).

З отриманих експериментальних залежностей видно, що для даного випадку ширина піків від рефлексів першого порядку більша за ширину рефлексів другого порядку, особливо на перших етапах обробки. Розмиття піків кривих гойдання зумовлено трьома причинами: взаємною розорієнтацією у певному кутовому інтер-

валі (α), розміром області когерентного розсіювання (L) по нормалі до дифракційного вектора та постійним радіусом кривизни (R) поверхні кристала. При цьому має місце співвідношення:

$$\beta^2 = \beta_\alpha^2 + \lambda^2 / 2L^2 \sin^2 \theta + \delta^2 / R^2 \sin^2 \theta, (1)$$

де β – сумарна фізична ширина кривої гойдання; β_α – ширина, зумовлена взаємною розорієнтацією; λ – довжина хвилі; δ – ширина первинного пучка; R – радіус кривизни.

Таким чином, можна стверджувати про наявність у нашому випадку певної залежності ширини рефлексів від синуса кута θ і, відповідно, про суттєві порушення вздовж нормалі до поверхні монокристала (при цьому вважається, що кривизна поверхні кристала відсутня). Про значні порушення приповерхневого шару поверхні при механічній обробці на перших етапах також свідчить наявність на кривих гойдання декількох окремих максимумів. При механічній обробці дрібнозернистими абразивними матеріалами спостерігається зближення ширин рефлексів різного порядку відбивання до практичного їх співпадіння, з чого випливає, що порушення вздовж нормалі до поверхні практично зникають. Звуження рефлексів в цілому вказує на зменшення кутової розорієнтації, яка може бути зумовлена величиною шорсткості поверхні [5].

Зауважимо, що при використанні методу гойдання в залежностях від шорсткості поверхні спостерігалось звуження ширини кривих у 2.5–5 разів, тоді як при скануванні $\theta/2\theta$ методом рефлексії звужувалися лише у 1.5–2 рази. При цьому найбільше звуження рефлексів спостерігалось для поверхні (001), а найменше – для поверхні (110), що свідчить про анізотропію механічних властивостей цих поверхонь. Така поведінка у змінах ширини рефлексів вказує на те, що метод гойдання більш чутливий до загального стану поверхні, ніж метод сканування за кутами $\theta/2\theta$.

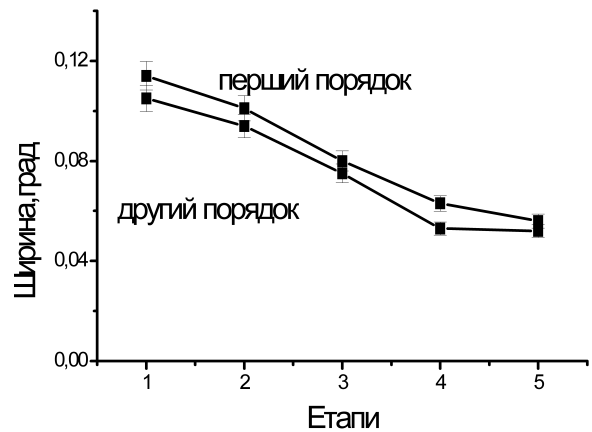


Рис. 5. Вплив етапів механічної обробки на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $\text{Cu } K_\beta$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні монокристалів парателуриту методом гойдання: перший порядок – рефлекс (200); другий порядок – рефлекс (400).

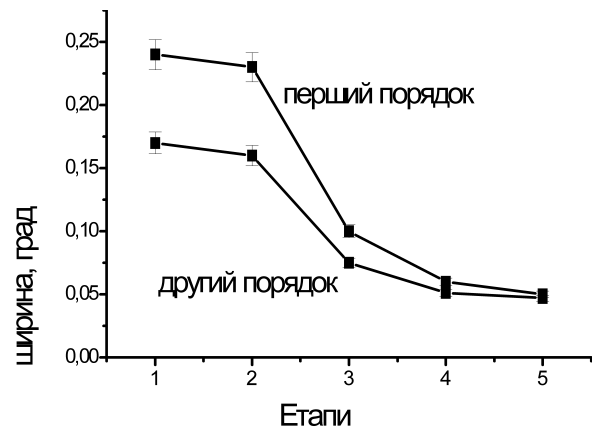


Рис. 6. Вплив етапів механічної обробки на ширину на половині висоти рефлексів двох порядків від $\text{Cu } K_\beta$ -випромінювання при рентгенодифрактометричному скануванні монокристалів парателуриту методом гойдання: перший порядок – рефлекс (004); другий порядок – рефлекс (008).

Аналізуючи поведінку залежностей, наведених на рис. 3 – 6, в загальному плані можна спостерігати тенденцію звуження ширини рефлексів до певного значення, однакового для всіх площин у межах точності експериментів, яке визначалося як середнє від трьох вимірів і, в тому числі, при апроксимації функцією Гауса (Γ). Було проведено оцінку значення Γ з

використанням еталонного зразка монокристалу парателуриду та додатково кристала кварцу, орієнтованого по площині (101). Ширина Γ кривих гойдання у випадку гаусового наближення визначається як

$$\Gamma^2 = b^2 \pm \beta^2, \quad (2)$$

де b – апаратне розширення.

Для еталонних зразків було отримано однакову ширину піків для обох методик, яка дорівнює $0,046^\circ \pm 0,002^\circ$. Це значення практично співпадає із значеннями ширин рефлексів, отриманих нами після кінцевої обробки поверхонь парателуриду і, відповідно, ширина кривих гойдання практично визначається апаратним розмиттям. А

це свідчить про мінімальну шорсткість та високу чистоту поверхні, отриманої в результаті такої обробки [5, 7].

Отже, при виконанні рентгенодифрактометричних досліджень встановлено, що метод гойдання більш інформативний, оскільки він є більш чутливим до загального стану приповерхневого шару монокристалу на всіх стадіях механічної обробки. Виявлено, що використаними в роботі методами можна проводити дослідження високоякісних поверхонь безконтактним методом та ефективно використовувати його для оцінки якості приповерхневого шару різних монокристалів.

Автори висловлюють щире подяку за допомогу в роботі к.ф.м.н. Соломону А.М.

Література

1. Зверев В.А., Карасева И.А., Карпов В.Г. Оптика и спектроскопия 85, 5, 874 (1998).
2. Л.В.Поренко, Ю.Д.Філатов, Технологія обробки оптичних поверхонь (Київський національний університет ім.Т.Шевченка, К., 2004).
3. Г.И.Белых, Е.И.Райхельс, Рентгенодифрактометрическая методика определения параметров дефектной структуры, возникающей при механической обработке монокристалла (Машиностроение, Ленинград, 1978).
4. Л.И.Даценко, В.П.Кладько, В.Ф.Мачулин, В.Б.Молодкин, Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами в области аномальной дисперсии. (Академперіодика, К. 2002).

ON THE X-RAY DIFFRACTION ON PARATELLURITE SINGLE CRYSTAL SURFACES

O.M.Yuriychuk, L.A.Prots, I.I.Chychura, K.P.Popovich

Institute of Electron Physics, Ukr. Nat. Acad. Sci.,
Universytetska Str. 21, Uzhhorod, 88000
e-mail: lahrots@mail.ru

X-ray diffractometric studies of paratellurite single crystal surfaces at different damaged near-surface layer depth due to the stages of mechanical treatment were performed. Dependences of diffraction reflection at $\theta/2\theta$ scanning method and rocking method were obtained. The proposed methods appear to enable the evaluation of the near-surface layer quality.