УДК 549.517.1:621.923

О. О. Вовк[1], О. В. Волошин[1], Є. В. Слюнін[1],
Л. І. Волошина[2, *], С. І. Кривоногов[1], С. В. Ніжанковський[1]
[1]Інститут монокристалів НАН України, м. Харків, Україна
[2]Інститут сцинтиляційних матеріалів НАН України,
м. Харьків, Україна
**sil.volyn@gmail.com*

Швидкість видалення матеріалу під час обробки сапфіру, легованого титаном

Досліджено вплив вмісту іонів титану у кристалах сапфіру, легованого титаном (Ti:сапфір, до 0,2 % (за масою) Ti), на швидкість знімання матеріалу та шорсткість поверхні на різних етапах її обробки. Встановлено, що ефективність знімання матеріалу зростає зі збільшенням щільності дислокацій в кристалі. З'ясовано, що зі збільшенням вмісту титану у Ti:сапфірі під час шліфування закріпленим абразивом швидкість видалення матеріалу зменшується, а у разі шліфування та полірування вільним абразивом − збільшується через розупорядкування кристалічної структури та погіршення структурної досконалості кристалів. Легування сапфіру титаном призводить до зниження значення параметру шорсткості поверхні кристалів на етапі шліфування.

Ключові слова: *сапфір, Ti:сапфір, шліфування, механічне полірування, хіміко-механічне полірування, швидкість видалення матеріалу, шорсткість поверхні.*

Монокристали корунду, як без легуючих домішок (сапфір, лейкосапфір), так і леговані іонами Ti^{3+} (Ti:сапфір), широко застосовують у виробництві елементів для оптики, оптоелектроніки та лазерної техніки. Завдяки генераційним, спектральним та термомеханічним характеристикам лазери на Ti:сапфірі є універсальним інструментом для використання в медицині та біохімії, фундаментальних дослідженнях у фізиці високих енергій, у високоточних вимірювальних системах та нових технологіях обробки матеріалів [1–3].

До лазерних елементів висувають жорсткі вимоги щодо оптичної якості матеріалу та прецизійних параметрів функціональних поверхонь. Наявні технології обробки Ti:сапфіру є трудомісткими, тому витрати на отримання необхідних характеристик поверхні виробу можуть значно перевищувати вартість вихідних заготовок. Особливий інтерес та актуальність питання оброблюваності і механічних властивостей Ti:сапфіру набули у зв'язку з розвитком технологій вирощування великогабаритних лазерних кристалів Ti:сапфіру. Методи теплообміну, Кіропулоса та горизонтально спрямованої кристалізації (ГСК) [4, 5] дозволяють вирощувати кристали великих розмірів та високої оптичної якості з відносно низькою щільністю дислокацій та низьким рівнем залишкових механічних напружень в широкому діапазоні концентрацій домішок титана (до 0,3–0,4 % (за масою)). Широкоапертурні (≥ 100 мм) лазерні елементи з таких кристалів використовують для створення надпотужних лазерних систем з потужністю імпульсів ПВт-рівня (≥ 10^{15} Вт) [6, 7]. Зі збіль-

© О. О. ВОВК, О. В. ВОЛОШИН, Є. В. СЛЮНІН, Л. І. ВОЛОШИНА, С. І. КРИВОНОГОВ, С. В. НІЖАНКОВСЬКИЙ, 2023

шенням розміру лазерних елементів з Ti:сапфіру значно зростають технологічні труднощі та вартість кожного етапу виготовлення таких елементів, зокрема етапів шліфування та полірування. Адаптація технологій обробки сапфіру для Ti:сапфіру обумовлює необхідність досліджень впливу іонів титану на механічні характеристики кристалів, зокрема тріщиностійкість, мікротвердість та міцність, а також на швидкість знімання матеріалу на різних етапах обробки та шорсткість поверхні, що формується.

Фізичні властивості нелегованого та легованого сапфіру, закономірності утворення дефектів структури, вплив термічної обробки на властивості, а також процеси абразивного руйнування та еволюції поверхні сапфіру під час механічної обробки розглянуто в [8–11], в [12] було вивчено анізотропію процесів деформації та руйнування поверхні кристала, процеси хімікомеханічного полірування сапфіру досліджено в [13–15], вплив кристалографічної орієнтації сапфіру та його відпалу на шорсткість поверхні у процесі алмазного шліфування та полірування вивчено в [16, 17]. У [8] було розглянуто вплив деяких домішок на тріщиностійкість сапфіру (вирощеного методом Вернейля) та показано, що ця характеристика залежить від цілого ряду факторів, зокрема розчинності та концентрації домішок в кристалічній ґратці, методу вирощування кристалів, щільності ростових та рухливих дислокацій, що виникають внаслідок механічного впливу. Авторами [18–20] досліджено вплив легуючих домішок (титану, хрому) на мікротвердість та характер руйнування сапфіру під час індентування. Було встановлено, що в діапазоні концентрацій титану від 0 до 0,38 % (ат.) ця залежність має немонотонний характер. Однак самі автори вказують на те, що для досліджень використовували кристали, вирощені методом Вернейля, які були повністю однорідними тільки за низької концентрації титану (0,05 % (ат.)), а за більш високих концентрацій мали пори та домішки другої фази, через що отримані дані можуть бути недостатньо достовірними. Враховуючи значні механічні напруження та велику щільність дислокацій, характерні для вернейлівських кристалів, їх не застосовують у лазерній техніці. Наявні в літературі дані є розрізненими та отримані для кристалів, вирощених за різними ростовими технологіями. Відсутніми є порівняльні дані для сапфіру та Ti:сапфіру, які можна використовувати для адаптації технологій обробки сапфіру стосовно Ti:сапфіру.

Метою даної роботи було вивчення закономірностей впливу концентрації іонів титану та кристалічної структури Ti:сапфіру на швидкість знімання матеріалу та шорсткість оброблених поверхонь.

МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Для досліджень використовували кристали Ti:сапфіру високої оптичної якості з вмістом титану від 0 до 0,28 % (за масою), які було вирощено методом ГСК у відновному газовому середовищі [19, 20].

Ефективність знімання матеріалу під час шліфування сапфіру та Ti:сапфіру (0,093, 0,14 та 0,2 % (за масою) Ti) вивчали на зразках діаметром 13 мм і висотою 5 мм. Для проведення порівняльних досліджень один зразок сапфіру було виготовлено з кристалу, вирощеного методом Степанова. Кристалографічна орієнтація досліджуваної поверхні була (0001). Зразки обробляли вільним (карбід бору, зернистість 63–50 мкм, вода, чавунний шліфувальник) або закріпленим абразивом (зернистість 80–63 мкм) з використанням мастильно-охолоджувального технологічного середовища (МОТС “Біоль”) на верстаті 3ШП-350М за швидкості обертання шпинделя 100 об/хв та навантаження від $3\cdot10^{-2}$ до $1{,}1\cdot10^{-1}$ кг/мм^2. Товщину шару видаленого під час оброб-

ки матеріалу контролювали індикатором (ціна поділки – 1 мкм, розкид результатів вимірювань – 6 %). Отримані данні було усереднено за чотирма дослідами.

Під час механічного (МП) та хіміко-механічного полірування (ХМП) швидкість видалення матеріалу з поверхні є значно меншою, ніж під час шліфування. Тому для підвищення точності вимірювань кількості знятого матеріалу у процесі МП та ХМП було виготовлено зразки сапфіру та Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti) зі значно більшою площею оброблюваної поверхні, розміром 100×40×10 мм з кристалографічною орієнтацією досліджуваної поверхні (0001). Один зі зразків Ti:сапфіру було відпалено у відновній атмосфері (Ar+CO) за температури 1850 °C протягом 24 год. Полірування проводили на тканині ТПП на верстатах типу "Камертон-500", діаметр полірувальника – 500 мм, швидкість обертання і осциляції – 25 хв$^{-1}$. МП проводили алмазним абразивом АСМ 40/28 і АСМ 28/20 за навантаження $0{,}5\cdot10^{-2}$ кг/мм^2, ХМП – в полірувальній суспензії на основі рентгеноаморфного діоксиду кремнію у вигляді аеросилу 380 (5 % (за масою) SiO_2) у воді за навантаження $0{,}2\cdot10^{-2}$ кг/мм^2. Для забезпечення однакових умов полірування три зразки закріплювались на спеціальній планшайбі та оброблялись одночасно. Швидкість видалення матеріалу визначалася за втратою ваги зразка. Для підвищення точності вимірювань під час зважування вимірювали різницю у вазі між дослідним зразком та еталонним, близьким за вагою, згідно методики, докладно описаної у [13]. Точність визначення ваги складала ±0,1 мг, що відповідає шару видаленого матеріалу заготовки ±6 нм. Різниця у щільності сапфіру та Ti:сапфіру враховували згідно [21].

Рентгенівські дослідження проводили методами прецизійної трикристальної рентгенівської дифрактометрії (ТРД) у Cu$K\alpha_1$ випромінюванні [22]. Досконалість кристалічної структури характеризується такими параметрами, як форма кривої дифракційного відбиття, напівширина кривої гойдання β, інтегральна потужність відбиття R. Зразки для досліджень були механічно полірованні вільним абразивом АСМ 28/20 з подальшим ХМП у водній суспензії аеросилу 380 до повного видалення спотвореного приповерхневого шару.

Для шліфованих зразків шорсткість поверхні визначали за допомогою профілометра-профілографа, дослідження морфології поверхні та вимірювання шорсткості для полірованих зразків проводили на атомно-силовому мікроскопі Solver P47H PRO (Росія) у контактній моді у семи точках поверхні та усереднювали.

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

На рис. 1 представлено значення швидкості видалення оброблюваного матеріалу під час шліфування сапфіру та Ti:сапфіру вільним та закріпленим абразивом за різного тиску. Видно, що знімання матеріалу у всіх зразків зростає з підвищенням навантаження, це повністю корелює з емпіричним законом Престона [23], згідно якому кількість матеріалу, знятого під час механічної обробки, є пропорційною прикладеному тиску та довжині траєкторії тертя поверхні оброблюваного елементу по поверхні шліфувальника чи полірувальника.

Під час шліфування закріпленим абразивом для кристалів, вирощених методом ГСК, швидкість видалення матеріалу зменшується зі збільшенням вмісту титану. За вмісту титану 0,2 % (за масою) кількість знятого матеріалу за навантаження $5\cdot10^{-2}$ кг/мм^2 для Ti:сапфіру є на 27 % нижчою, ніж для сапфіру. У процесі шліфування закріпленим абразивом абразивне зерно, яке швид-

ко рухається та є жорстко закріпленим в інструменті, врізається в кристал та утворює густу сітку мікротріщин. Розвиток мікротріщин залежить як від кристалографічної орієнтації поверхні, так і від домішково-вакансійних комплексів, які утворюються у домішкових кристалах і є стопорами руху дислокацій [24]. Зі зростанням питомого навантаження під час шліфування сапфіру закріпленим абразивом переважає механізм крихкого руйнування кристалу і наявність домішково-вакансійних комплексів, що утворюються у кристалічній ґратці внаслідок заміщення іонів Al^{3+} іонами титану, є головним фактором для зниження швидкості знімання матеріалу.

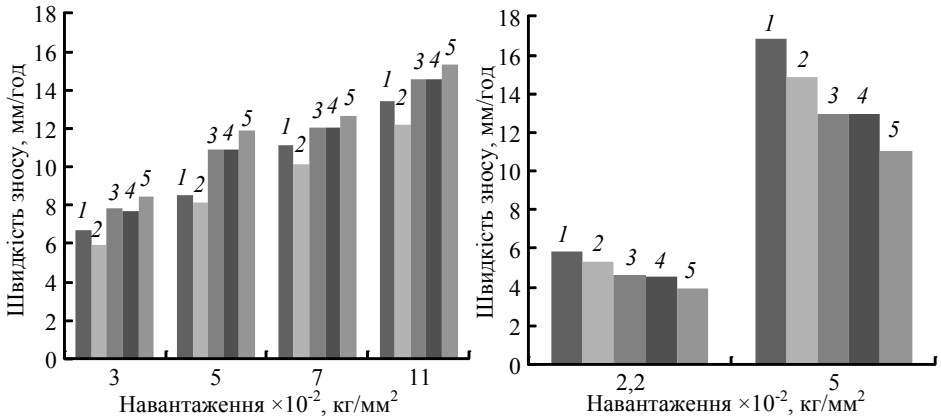

Рис. 1. Швидкість видалення матеріалу під час шліфування сапфіру та Ti:сапфіру вільним (63/50) (*а*) та закріпленим (80/63) (*б*) абразивом: сапфір Степанова (*1*) і ГСК (*2*), Ti:сапфір 0,093 (*3*), 0,14 (*4*), 0,2 (*5*) % (за масою).

Стійкість сапфіру до абразивного руйнування залежить також від методу вирощування кристала (див. рис. 1). Максимальну кількість знятого матеріалу під час шліфування спостерігали для сапфіру, вирощеного методом Степанова, у порівнянні з сапфіром, вирощеним методом ГСК. Кількість знятого матеріалу є більшою на 12 % (за навантаження $5 \cdot 10^{-2}$ кг/мм^2) у випадку обробки поверхні закріпленим абразивом та на 9,5 % (за навантаження $1{,}1 \cdot 10^{-1}$ кг/мм^2) у разі обробки вільним абразивом. Значна різниця опору кристалів абразивному руйнуванню поверхні, ймовірно, обумовлена такою важливою характеристикою кристала, як щільність ростових дислокацій. Малі температурні градієнти, якими характеризується метод ГСК, у значній мірі визначають структурну якість кристала. Так, щільність дислокацій на площині (0001) в кристалах, отриманих даним методом, становить ~ 10^3 см$^{-2}$ [22]. Метод Степанова суттєво відрізняється від інших розплавних методів високою швидкістю відведення тепла від зони кристалізації, що дозволяє вирощувати кристал за достатньо великих швидкостей. Але водночас не варто розраховувати на отримання кристалів з малою щільністю структурних дефектів – щільність дислокацій є не меншою 10^4–10^5 см$^{-2}$. Більш досконалі кристали характеризуються більш високим (у середньому на 10 %) опором абразивному руйнуванню поверхні.

У разі шліфування кристалів вільним абразивом зі збільшенням вмісту титану швидкість видалення матеріалу зростає, а не зменшується, як у випадку шліфування закріпленим абразивом (див. рис. 1). Зі збільшенням вмісту титану від нуля до 0,2 % (за масою) швидкість знімання матеріалу зростає на 47 %. У зразків із вмістом титану 0,093 и 0,14 % (за масою) швидкість видалення

матеріалу є приблизно однаковою – на межі похибки вимірювань, у процесі обробки як вільним, так і закріпленим абразивом.

У разі МП АСМ 40/28 та 28/20, як і у разі шліфування вільним абразивом, швидкість знімання матеріалу Ti:сапфіру є вищою, ніж для сапфіру на 17 і 2,4 % відповідно (рис. 2). У Ti:сапфіру, після термообробки у відновній атмосфері, вона знижується. Під час ХМП швидкість видалення матеріалу для Ti:сапфіру є нижчою на 3 %, ніж для сапфіру. Можливо, це обумовлено тим, що іони титану у процесі видалення матеріалу з поверхні потрапляють до полірувальної суспензії, а потрапляння до неї навіть незначної кількості іонів металів значно погіршує її полірувальні властивості. Водночас значення швидкості знімання матеріалу зразків у разі МП АСМ 28/20 та ХМП знаходяться у межах похибки вимірювання параметру шорсткості поверхні *Ra*, що не дає можливості однозначно визначити наявність впливу титану на інтенсивність цих операцій полірування.

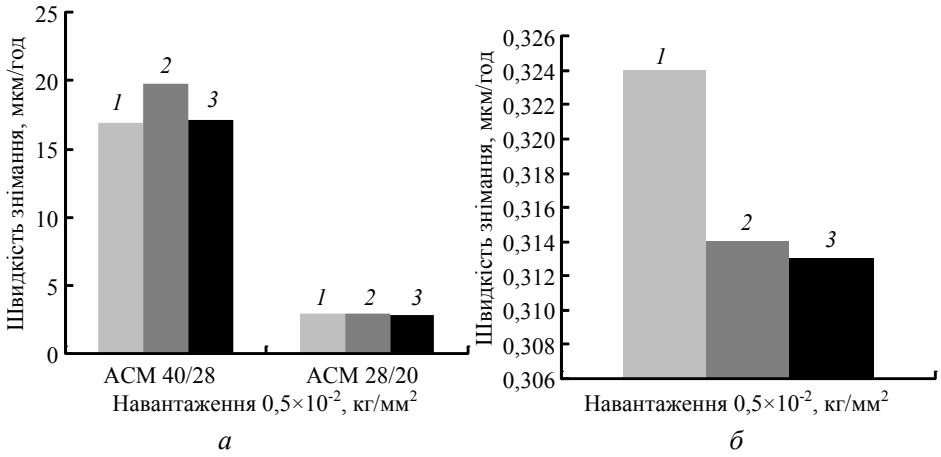

Рис. 2. Швидкість видалення матеріалу у разі МП (*а*) та ХМП (*б*) сапфіру (*1*) і Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti) без відпалу (*2*) та після відпалу (*3*).

У процесі полірування знімання матеріалу є значно меншим, ніж у разі шліфування, тому що використовували полірувальники з тканинним покриттям, менший тиск та абразиви меншої зернистості. Після МП (АСМ 28/20) глибина порушеного дефектного приповерхневого шару сапфіру, визначена за допомогою ТРД, становила ~ 2 мкм, а після шліфування може досягати десятків мікрон [25, 26]. По краях подряпин спостерігали виступ (“наплив”) матеріалу над поверхнею, що свідчить про наявність пластичної деформації, яка є переважаючою у балансі витрат енергії під час руйнування поверхні [27]. Можна припустити, що полірування та шліфування сапфіру відрізняються за механізмом видалення матеріалу з поверхні. В процесі механічної обробки видалення матеріалу відбувається як в результаті крихкого руйнування, так і пластичної деформації. Інтенсивність видалення матеріалу визначається тим, який з процесів є переважаючим [28, 29].

Глибина пластично деформованого шару залежить від щільності ростових дислокацій та інших дефектів кристалічної структури. Заміщення іонів Al^{3+} іонами титану у ґратці корунду з урахуванням їхнього валентного стану, змін у киснево-вакансійному оточенні та неоднорідності розташування в кристалі може спричиняти дефекти та інші структурні порушення в кристалі.

Вимірювання параметрів кристалічної ґратки зразків Ti:сапфіру з різним вмістом титану показали, що зі зростанням концентрації титану відбувається збільшення параметрів кристалічної ґратки кристала та об'єму елементарної комірки (табл. 1). Оскільки іон Ti^{3+} (r_{Ti3+} = 0,57 Å) має більший радіус, ніж іон Al^{3+} (з r_{Al3+} = 0,53 Å), то заміщення іонів алюмінію на іони титану призводить до збільшення об'єму та розрихлення кристалічної комірки сапфіру.

Таблиця 1. Параметри кристалічної ґратки Ti:сапфіру

Ti, % (за масою)	*a*, Å	*c*, Å	*V*, Å^3	*c*/*a*
0	4,7578	12,9876	254,608	2,7297
0,05	4,7582	12,9885	254,6682	2,7297
0,1	4,7586	12,9892	254,7248	2,7296
0,28	4,7600	12,9918	254,9257	2,7294
100 (Ti_2O_3)	5,1580	13,611	316,2861	2,6388

Примітка. Похибка вимірювання *a* і *c* дорівнює ±0,0001 Å.

Дослідження кристалічної структури Ti:сапфіру методами ТРД показали, що у порівнянні з нелегованими монокристалами сапфіру (β = 6,7″, $R = 13{,}35 \cdot 10^{-6}$) допування титаном призводить до збільшення напівширини кривої гойдання β, інтегральної потужності відбиття *R* (рис. 3). Зростання цих параметрів, які є характеристиками структурної досконалості кристалів, свідчить про те, що зі збільшенням вмісту іонів титану у кристалічній ґратці сапфіру розупорядкування його кристалічної структури зростає.

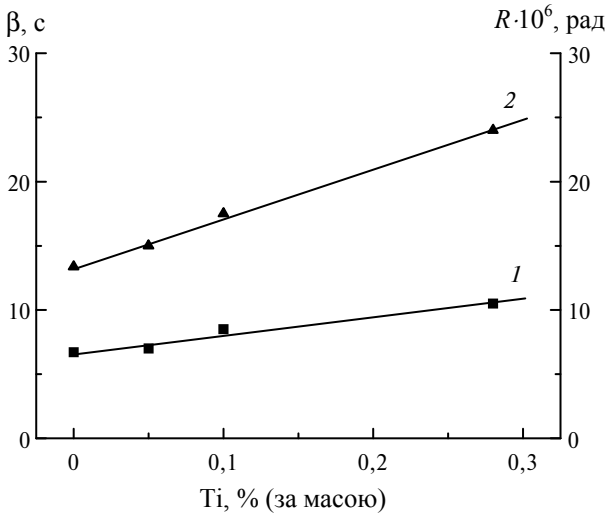

Рис. 3. Залежність напівширини кривої гойдання β (*1*) та інтегральної потужності відбиття *R* (*2*) від вмісту титану (рефлекс (00012)) для Ti:сапфіру.

За інтегральною потужністю відбиття *R*, згідно [22], для кристалів була розрахована щільність дислокацій. Виявилось, що щільність дислокацій у Ti:сапфірі (~ $2 \cdot 10^4$ см$^{-2}$ за ~ 0,28 % (за масою) Ti) є значно вищою, ніж для сапфіру (~ 10^3 см$^{-2}$), що призводить до зменшення стійкості кристалів до абразивного руйнування. Отже, можна визначити, що погіршення структурної досконалості кристалу, зокрема збільшення щільності ростових дислока-

цій, призводить до зростання швидкості видалення матеріалу у разі шліфування та полірування вільним абразивом.

Можна відмітити, що щільність ростових дислокацій є значним фактором впливу на оброблюваність кристалів, але не достатнім. Аналізуючи данні щодо кількості знятого матеріалу у разі шліфування вільним абразивом (див. рис. 1) бачимо, що видалення матеріалу з поверхні Ti:сапфіру відбувається значно інтенсивніше, ніж в сапфіру, вирощеного методом Степанова. Знімання матеріалу Ti:сапфіру (0,2 % Ti (за масою)) є більшим, ніж сапфіру ГСК на 27 %, в той час для сапфіру, отриманого за методом Степанова, лише на 11 % (за навантаження $1{,}1 \cdot 10^{-1}$ кг/мм^2). Хоча водночас для цих зразків щільність дислокацій для Ti:сапфіру є нижчою (~ 10^4 см$^{-2}$), ніж для сапфіру (> 10^4–10^5 см$^{-2}$).

Додатковим фактором, який впливає на інтенсивність руйнування поверхні кристалів під час абразивної обробки, є присутність рідини (МОТС), молекули якої спричиняють розклинюючу дію (ефект Ребіндера) на мікротріщини, що утворюються на поверхні в результаті дії абразивних зерен. В попередніх дослідженнях [30] було показано, що легування сапфіру іонами хрому, титану призводить до підвищення змочуваності поверхні кристалу полярними рідинами, тим самим посилюючи їхню розклинюючу дію та сприяючи розвитку мікротріщин. Внаслідок цього мікротріщини перетворюються в макротріщини, що призводить до сколювання частинок з поверхні кристалу та полегшує процес диспергування. Однак у процесі шліфування збільшується ефективність знімання матеріалу зі збільшенням вмісту титану лише у разі використання вільного абразиву (див. рис. 1). Це свідчить про те, що вплив іонів титану на змочуванність поверхні та вплив цього механізму на знімання матеріалу не є домінуючими у процесі шліфування.

Було проведено дослідження морфології обробленої поверхні сапфіру та Ti:сапфіру методом атомно-силової мікроскопії. На рис. 4 представлено АСМ-зображення поверхні Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti). Поверхні сапфіру та Ti:сапфіру у разі аналогічної обробки візуально є подібними, однак відрізняються за значеннями параметрів шорсткості.

Вимірювання шорсткості показало, що після шліфування зразків, отриманих методом ГСК, шорсткість поверхні зі зростанням вмісту титану зменшується незалежно від зміни ефективності знімання матеріалу (табл. 2). Так, зі збільшенням вмісту титану від нуля до 0,2 % (за масою) у результаті операції шліфування закріпленим абразивом значення параметру шорсткості зменшується на 22 % (швидкість видалення матеріалу зменшується на 27 %), а у разі шліфування вільним абразивом – на 24 % (швидкість видалення матеріалу зростає на 47 %).

Таблиця 2. Швидкість видалення матеріалу $v_{в.м}$ та шорсткість поверхні *Ra* для кристалів сапфіру та Ti:сапфіру після шліфування

Вид шліфування	Параметр	Метод Степанова	Метод ГСК			
			Концентрація титану, % (за масою)			
			0	0,093	0,14	0,2
Закріпленим абразивом 80/63	$v_{в.м}$, мм/год	17	15	13	13,1	11
	Ra, мкм	2,14±0,09	1,93±0,09	1,73±0,09	1,70±0,09	1,51±0,09
Вільниим абразивом 63/50	$v_{в.м}$, мм/год	8,5	8	11	10,8	11,8
	Ra, мкм	1,54±0,04	1,79±0,04	1,52±0,04	1,48±0,04	1,36±0,04

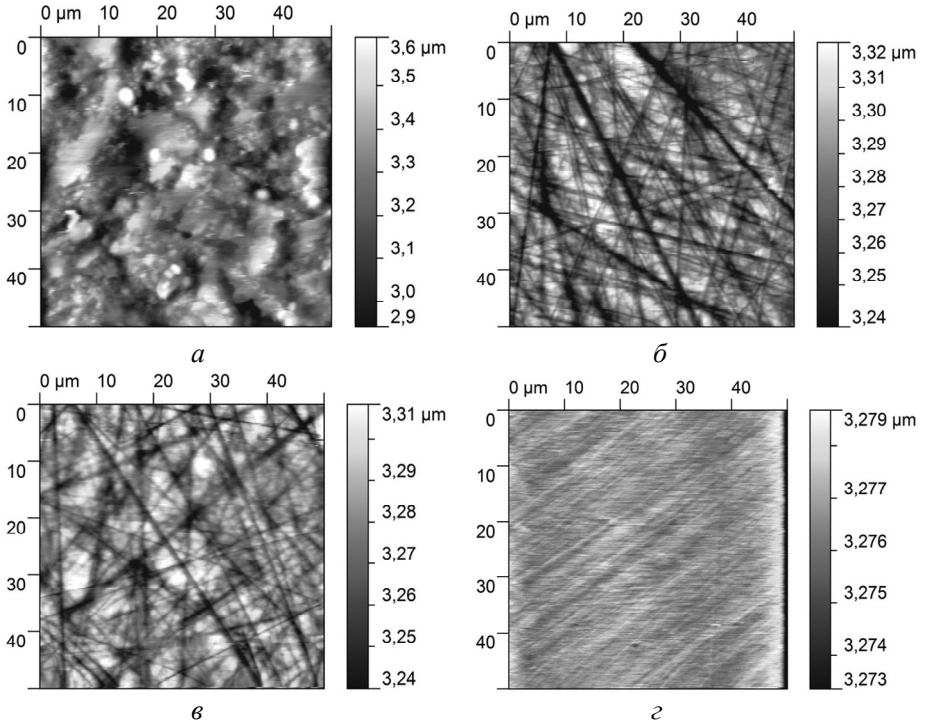

Рис. 4. АСМ-зображення поверхні Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti) після шліфування закріпленим абразивом 80/63 (*а*), МП АСМ 40/28 (*б*) і АСМ 28/20 (*в*), ХМП (*г*).

В табл. 3 наведено значення параметрів шорсткості поверхні *Ra* та швидкість знімання матеріалу після МП та ХМП для сапфіру та Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti) (без відпалу та після відпалу за температури 1850°°C (24 год) у відновному середовищі). У всіх випадках *Ra* поверхні Ti:сапфіру є меншою, ніж сапфіру, а у зразків Ti:сапфіру, що піддавалися відновному відпалу, ще менше. Однак ці значення змінюються в межах 3 % і знаходяться в межах діапазону похибок, через що не можна зробити однозначний висновок про вплив титану на шорсткість поверхні.

Таблиця 3. Швидкість видалення матеріалу $v_{в.м.}$ та шорсткість поверхні *Ra* після МП та ХМП для кристалів сапфіру та Ti:сапфіру без відпалу та після відпалу за температури 1850 °C (24 год) у відновному середовищі

Вид обробки	Параметр	Концентрація титану, % (за масою)		
		без відпалу		після відпалу
		0	0,13	0,13
МП 40/28	$v_{в.м}$, мкм/год	16,95	19,77	17,1
	Ra, нм	17,2±0,45	16,7±0,39	16,2±0,48
МП 28/20	$v_{в.м}$, мкм/год	2,87	2,94	2,82
	Ra, нм	12,28±0,44	12,18±0,49	11,73±0,4
ХМП	$v_{в.м}$, мкм/год	0,324	0,314	0,313
	Ra, нм	0,54±0,13	0,46±0,07	0,44±0,09

У всіх випадках *Ra* поверхні кристалів Ti:сапфіру є нижчою, ніж сапфіру (див. табл. 2 і 3). Шорсткість виникає в результаті видалення частинок кристала, що виколюються після з'єднання тріщин, які поширюються всередині порушеного абразивною обробкою шару. Менші значення параметрів шорсткості обробленої поверхні в кристалах Ti:сапфіру є непрямим підтвердженням того, що саме наявність іонів титану у сапфірі запобігає розповсюдженню тріщин у глибину кристалу. Звичайно, ці припущення потребують проведення досліджень по безпосередньому визначенню тріщиностійкості кристалів та товщини порушеного приповерхневого шару. Одночасне зменшення шорсткості поверхні у разі зменшення швидкості видалення матеріалу, яке спостерігається під час шліфування закріпленим абразивом 80–63, добре узгоджується з твердженнями деяких авторів [8]. Однак для шліфування та полірування вільним абразивом спостерігали протилежну залежність: шорсткість поверхні Ti:сапфіру є нижчою, ніж у сапфіру, а швидкість знімання матеріалу – вищою (див. табл. 2, 3). Це ще раз підтверджує, як вказано вище, що у процесі абразивного руйнування вільним абразивом процес крихкого руйнування не є визначальним, як у віпадку шліфування закріпленим абразивом.

В результаті проведення досліджень було встановлено, що у процесі полірування ефективність знімання матеріалу для Ti:сапфіру, який пройшов відпал у відновному середовищі, є нижчою, ніж у зразка без відпалу, та стає близькою до сапфіру (див. табл. 2). Під час відпалу у відновному середовищі відбувається відновлення Ti^{4+} до Ti^{3+} [31] і, внаслідок цього, зменшується дефектність та спотворення кристалічної ґратки корунду. Катіонні вакансії, які присутні у домішково-вакансійному комплексі [TI^{3+}–TI^{4+}–v], під час відпалу у відновному середовищі анигілюють, і кристалічна ґратка насичується аніонними вакансіями. Існують дослідження, в яких стверджують, що домішково-вакансійні комплекси на основі аніонних вакансій є більш ефективними стопорами для розповсюдження тріщин, ніж на основі катіонних [24]. Однак процеси, які відбуваються у процесі відпалу кристалів Ti:сапфіру у відновному середовищі, вимагають додаткових досліджень.

ВИСНОВКИ

Ефективність знімання оброблюваного матеріалу та шорсткість поверхні сапфіру та Ti:сапфіру під час шліфування, МП та ХМП залежать від методу вирощування кристалів, щільності дислокацій, вмісту титану, структурної досконалості кристалів, термообробки.

Швидкість знімання матеріалу зростає зі збільшенням щільності дислокацій в кристалі. У разі шліфування закріпленим та вільним абразивами швидкість видалення матеріалу для кристала, вирощеного методом Степанова, є на 9,5–12 % вищою, ніж для кристала, вирощеного методом ГСК (щільність дислокацій становить 10^4–10^5 $см^{-2}$ та 10^3 $см^{-2}$, відповідно).

Швидкість видалення матеріалу для Ti:сапфіру зростає з підвищенням навантаження, а зі збільшенням концентрації Ti від нуля до 0,2 % (за масою) вона збільшується на 47 % під час шліфування вільним абразивом 63/50 і зменшується на 27% під час шліфування закріпленим абразивом 80/63. Водночас зі збільшенням вмісту титану значення параметру шорсткості поверхні Ti:сапфіру зменшується на 22–24 % під час обох видів шліфування. Зменшення шорсткості оброблюваної поверхні у разі легування сапфіру титаном, ймовірно, обумовлене утворенням домішково-вакансійних комплексів, які є стопорами для розвитку тріщин. Саме утворення таких комплексів, вірогідно,

є причиною зниження ефективності знімання матеріалу під час шліфування закріпленим абразивом.

У процесі шліфування та полірування вільним абразивом швидкість видалення Ti:сапфіру збільшується через розупорядкування кристалічної структури та погіршення структурної досконалості кристалів сапфіру, яке обумовлене введенням іонів титану у сапфір. Під час МП АСМ 40/28 та АСМ 28/20 швидкість видалення матеріалу Ti:сапфіру (0,13 % (за масою) Ti) є вищою, ніж матеріалу сапфіру на 17 і 2,4 %, відповідно, а під час ХМП – нижчою на 3 %.

Відпал Ti:сапфіру за температури 1850 °C (24 год) у відновному середовищі, який супроводжується відновленням Ti^{4+} до Ti^{3+}, призводить до зниження ефективності знімання матеріалу у процесі МП.

Отримані результати свідчать про можливість застосування існуючої технології обробки сапфіру для шліфування та полірування Ti:сапфіру з деяким коригуванням технологічних режимів обробки.

ФІНАНСУВАННЯ

Роботу виконано за підтримки Національної академії наук України в рамках відомчого наукового проекту № 0117U000289.

O. O. Vovk[1], A. V. Voloshin[1], E.V. Slyunin[1], L. I. Voloshina[2],
S. I. Kryvonogov[1], S. V. Nizhankovskyi[1]
[1]Institute for Single Crystals,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kharkiv, Ukraine
[2]Institute for Scintillation Materials,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kharkiv, Ukraine

Material removal rate during titanium doped sapphire processing

The effect of the content of titanium ions in sapphire crystals doped with titanium (Ti:sapphire, up to 0.2% wt Ti) on the removal rate of the processed material and the roughness of the processed surfaces at different stages of surface treatment was studied. It was established that the removal efficiency increases with an increase in the density of dislocations in the crystal. It was found that when the titanium content in Ti:sapphire increases when grinding with a fixed abrasive, the rate of material removal decreases, and when grinding and polishing with a free abrasive it increases due to the disordering of the crystal structure and the deterioration of the structural perfection of the crystals. Doping sapphire with titanium leads to a decrease in the value of the surface roughness parameter of the crystals at the grinding stage.

Keywords: *sapphire, Ti:sapphire, grinding, mechanical polishing, chemical-mechanical polishing, wear, material removal rate, surface roughness.*

1. Кристаллические материалы для фотоники. Харьков: НТК “Институт монокристаллов”, 2008. 376 с.
2. Alombert-Goget G., Sen G., Pezzani C., Barthalay N., Duffar T., Lebbou K. Large Ti-doped sapphire single crystals grown by the kyropoulos technique for petawatt power laser application. *Opt. Mater*. 2016. Vol. 51. P. 1–4.
3. Yamakawa K., Barty C.P.J. Ultrafast, ultrahigh-peak, high-average power ti:sapphire laser system and its applications. *IEEE J. Sel. Top. Quant. Electron*. 2000. Vol. 6, no. 4. P. 658–675.
4. Nizhankovskiy S.V., Dan’ko A.Ya., Krivonosov E.V., Puzikov V.M. Growth of large Ti:sapphire crystals by horizontal directional solidification in argon atmosphere. *Inorgan. Mater*. 2010. Vol. 46, no. 1. P. 35–37.
5. Nizhankovskiy S.V., Krivonosov E.V., Baranov V.V., Budnikov A.T., Kanishchev V.N., Grin’ L.A., Adonkin G.T. Optical homogeneity of Ti:sapphire crystals grown by horizontal directional solidification. *Inorgan. Mater*. 2012. Vol. 48, no. 11. P. 1111–1114.

6. Dong J., Deng P. Ti:sapphire crystal usedin ultrafast lasers andamplifiers . *J. Crystal Growth*. 2004. Vol. 261. P. 514–519.
7. Nehari A., Brenier A., Panzer G., Lebbou Kh., Godfroy J., Labor S., Legal H., Cheriaux G., Chambaret J. P., Duffar Th., Moncorg R. Ti-doped sapphire (Al_2O_3) single crystals grown by the kyropoulos technique and optical characterizations. *Crystal Growth Design*. 2011. Vol. 11, no. 2. P. 445–448.
8. Добровинская Е.Р., Литвинов Л.А., Пищик В.В. Энциклопедия сапфира. Харьков: Ин-т монокристаллов НАНУ. 2004. 510 с.
9. Лоцко Д.В., Мильман Ю.В., Торчун Н.М.. Механизм абразивного износа и структура поверхности кристаллических материалов после абразивной обработки. *Поверхность. Физика, химия, механика.* 1984. № 8. С. 136–142.
10. Коба Е.С., Лоцко Д.В., Мильман Ю.В. Аморфизация поверхностных слоев кристаллов при механической полировке алмазным абразивом. *Поверхность. Физика, химия, механика.* 1987. № 8. С. 123–130.
11. Бритвин А.А., Литвинов М.Ю., Литвинов Ю.М. Разрушение и глубина поверхностных повреждений, возникающих в пластинах сапфіра при его обработке свободным абразивом. Вестник ТГУ. Т. 8, вып. 4. 2003. С. 686–689.
12. Voloshin A.V., Dolzhenkova E.F., Litvinov L.A. Anisotropy of deformation and fracture processes in sapphire surface. *J. Superhard Mater.* 2015. Vol. 37, no. 5. P. 341–345.
13. Budnikov A.T., Vovk E.A., Krivonogov S.I., Danko A.Ya., Lukiyenko O.A. Anisotropy of sapphire properties in chemical-mechanical polishing with silica. *Funct. Mater.* 2010. Vol. 17, no. 4. P. 488–494.
14. Vovk E.A., Budnikov A.T., Dobrotvorskaya M.V., Krivonogov S.I., Danko A.Ya. Mechanism of the interaction between Al_2O_3 and SiO_2 during the chemical-mechanical polishing of sapphire with silicon dioxide. *J. Surf. Inv. Xray, Synchrotron Neutron Tech.* 2012. Vol. 6, no. 1. P. 115–121.
15. Ke Wu, Libo Zhou, Jun Shimizu, Teppei Onuki, Takeyuki Yamamoto, Hirotaka Ojima & Julong Yuan Study on the potential of chemomechanical-grinding (CMG) process of sapphire wafer. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*. 2017. Vol. 9. P.1539–1546.
16. Filatov O.Yu., Sidorko V.I., Kovalev S.V., Filatov Yu.D., Vetrov A.G. Polished surface roughness of optoelectronic components made of monocrystalline materials. *J. Superhard Mater.* 2016. Vol. 38. P. 197–206.
17. Voloshin A.V., Litvinov L.A., Slyunin E.V. The influence of sapphire crystallographic orientation on surface roughness achievable by diamond abrasive machining. *J. Superhard Mater*. 2013. Vol. 35, no. 1. P. 56–59.
18. Muller B., Gratj P., Kluge G. The hardness of chromium- and titanium-doped sapphire *Crystals. Phys. Stat. Sol*. 1984. Vol. 88. P. 499–506.
19. Muller B.. The fracture behaviour of chromium and titanium-doped sapphire monocrystals. *Cryst. Res. Technol*. 1984. Vol. 19, no. 8. P.1113–1120.
20. Muller B., Schulze D. Basal twinning as a room temperature plastic deformation mode of chromium- and titanium-doped sapphire crystals. *Cryst. Res. Technol*. 1984. Vol. 19, no. 12. P. 1597–1602.
21. Kusuma H.H., Ibrahim Z., Othaman Z. The density and compositional analysis of titanium doped sapphire single crystal grown by the Czocharlski method. *Int. Conf. on Mathematics, Science and Education 2017 (ICMSE2017) IOP Conf. Series: J. Phys: Conf. Series*. 2018. Vol. 983, art. 012018.
22. Tkachenko V.F., Lukiyenko O.A., Budnikov A.T., Vovk E.A., Krivonogov S.I. Structure perfection of sapphire single crystals grown by HOC method in reducing atmosphere. *Functional materials.* 2011. Vol. 18, no. 4. P. 481–486.
23. Zantye P.B., Kumar A., Sikder A.K. Chemical mechanical planarisation for microelectronics applications. *Mater. Sci. Eng*. 2004. Vol. 45. P. 89–220.
24. Бабийчук И.П., Коневский В.С., Кривоносов Е.В., Литвинов Л.А. Влияние отжига на скорость истирания монокристаллов корунда. *Оптико-механическая промышленность*. 1986. № 4. С. 34–35.
25. Tkachenko V.F., Lukiyenko O.A., Budnikov A.T., Vovk E.A., Krivonogov S.I., Danko A.Ya. XRD studies of surface layers in sapphire substrates of <1012> crystallographic orientation. *Funct. Mater*. 2011. Vol. 18, no. 2. P. 171–175.
26. Аветян А.Г., Бабийчук И.П., Бобчук А.С. и др. *Синтет. алмазы*. 1974. Вып. 5. С. 15–17.

27. Tkachenko V.F., Kryvonogov S.I., Budnikov A.T., Lukienko O.A., Vovk E.A. Investigation of damaged layer formed at mechanical treatment of sapphire using three-crystal X-ray diffraction method. *Funct. Mater*. 2014. Vol. 21, no. 2. P. 171–175.
28. Fynn G.W., Powell W.J. Cutting and Polishing Optical and Electronic Materials. 2nd ed. The Adam Hilger Series On Optics and Optoelectronics, 1988. 230 p.
29. Advances in CMP/Polishing Technologies for the Manufacture of Electronic Devices / ed. by Toshiro Doi, Ioan D. Marinescu, Syuhei Kurokawa. Elsevier Inc., 2012. 317 p.
30. Voloshin A.V., Kononenko V.I., Lytvynov L.A., Sevidova E.K. Wetting of sapphire. *Funct. Mater.* 2006. Vol. 13, no. 1. P. 66–69.
31. Nizhankovskii S.V., Sidel'nikova N.S., Baranov V.V. Optical absorption and color centers in large Ti:sapphire crystals grown by horizontally directed crystallization under reducing conditions. *Phys. Solid State*. 2015. Vol. 57, no. 4. P. 781–786.

Надійшла до редакції 30.01.20
Після доопрацювання 02.06.20
Прийнята до опублікування 10.08.20