

УДК 621.373.826

Влияние примесей и структурных неоднородностей на раскалывание кристаллов алмаза при лазерном формообразовании

Е. Б. ШЕРШНЕВ, А. Е. ШЕРШНЕВ

Существующая технология обработки алмазов основана на применении механических станков и рассчитана на использование рабочих высокой квалификации, знающих кристаллографию алмаза. Резервы повышения эффективности использования алмазного сырья при традиционном методе обработки практически исчерпаны. Другие известные методы размерной обработки алмаза (термохимический, электроэрозионный, химико-каталитический, ультразвуковой) не нашли применения в технологии размерной обработки алмазов вследствие низкой производительности труда и сложности реализации в производственных условиях. В связи с этим представляется перспективной лазерная обработка алмазов, имеющая следующие преимущества:

- благодаря возможности фокусировки излучения, обеспечивающей локальность нагрева, возможно получение узких разрезов с минимальной зоной термического влияния;
- высокая плотность мощности, достигаемая при фокусировке луча на поверхность обработки, обеспечивает высокую производительность процесса;
- применение импульсно – периодических лазеров позволяет контролировать состояние алмаза при высоких температурах;
- существует возможность автоматизации процесса на высоком уровне;
- применение соответствующих координатных устройств позволяет осуществить лазерную резку по сложному контуру в двух и даже в трех измерениях.

Таким образом, сравнительный анализ современного состояния технологии обработки алмазов показывает, что лазерное формообразование имеет серьезные преимущества в основных операциях предварительной обработки, обеспечиваемые возможностью получения узких резов под воздействием локального температурного воздействия. Однако, несмотря на высокую производительность и технологичность, обработка лазерным лучом не всегда приводит к ожидаемым результатам. Практика показывает, что даже при выборе высококачественных, бесцветных кристаллов без видимых в микроскоп включений вероятность производных расколов достигает 10%, что, учитывая высокую стоимость сырья, оборачивается значительными материальными потерями.

В связи с этим представляется актуальным исследование особенностей структуры и превращений в зоне лазерного влияния расколовшихся в процессе лазерной обработки алмазов. Это дает возможность изучить влияние дефектов кристаллической решетки алмазов на вероятность процесса раскалывания при воздействии импульсного лазерного излучения, разработать практические рекомендации по отбору сырья на операции лазерного формообразования.

Облучение алмаза осуществлялось с помощью лазерной установки ЭМ-260, созданной на основе твердотельного лазера квазинепрерывного действия RL10Q. Он представляет собой источник лазерного излучения с длиной волны 1064 нм, работающий в режиме модуляции добротности резонатора, состоящий из источника питания и управления и излучателя. В номинальном режиме лазер работает в режиме генерации основной поперечной моды (TEM_{00}) при частоте повторения импульсов 0-20 кГц. Поляризация выходного излучения – линейная, вертикальная, 100:1. Диаметр пучка на выходном зеркале (по уровню 0,1 мощности излучения) – 0,6 мм, расходимость – не более 2,6 мрад. Средняя мощность лазерного излучения при частоте следования импульсов 5 кГц – 7,5 Вт. Длительность импульса лазерного излучения 80нс. Питание лазера осуществляется от однофазной сети переменного тока с

напряжением 100-240 В частотой 47-63 Гц. Потребляемая мощность – не более 600 Вт. Использование модернизированной установки ЭМ-260 [1] и ее программного обеспечения позволяет обрабатывать сырье без учета кристаллической решетки по нестандартным контурам, дает возможность получения нескольких полуфабрикатов из одной пластины, позволяет в значительной мере расширить объемы обработки трудоемких либо особо трудоемких характеристик алмазного сырья [2] и прежде всего:

- размерно-весовой группы +11-3 GR - Ch Clд&Brn MB; Mac; Cl Mb; Cl Mb Dark;
- размерно-весовой группы -11+9 - Clд&Brn MB; Ch Mac;
- размерно-весовой группы 4-6 GR - Mac; BlkCl Mb Brn; 4BlkClMb Brn;
- размерно-весовой группы + 1,8: BlkCl Mb; Mac.

Данные группы сырья характеризуются дефектностью кристаллического строения, имеют высокие внутренние напряжения, наиболее подвержены нежелательному раскалыванию. Несмотря на снижение уровня тепловой нагрузки за счет применения нового поколения лазерных систем, расколы наблюдались. Для исследований структурных особенностей были отобраны по характерным признакам типичные образцы кристаллов расколовшихся при лазерном воздействии, проведено исследование морфологии зоны лазерного воздействия в основных кристаллографических плоскостях (111), (100), (110), методами катодолюминесценции и ЭПР-спектроскопии [3] изучены особенности строения кристаллической решетки.

В результате выполненных исследований наиболее сильные изменения в структуре плоскости реза отмечены при ориентации плоскости лазерной обработки параллельно кристаллографической плоскости (111). На поверхности СТМ видны зоны напыла, свидетельствующие о плавлении при лазерном воздействии, и трещины, образовавшиеся при рекристаллизации материала. На отдельных участках пленка имела чешуйчатое строение и отслаивалась (рисунок 1с)

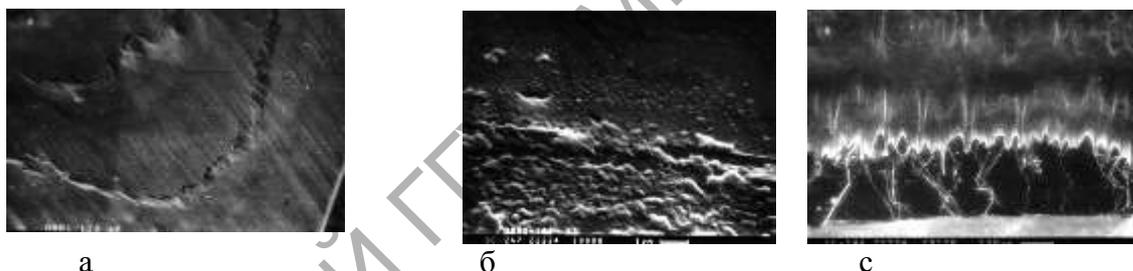


Рисунок 1 – Микрорельеф поверхности лазерного реза кристалла алмаза в различных кристаллографических плоскостях: а – (100), в – (110), с – (111).

Структура поверхности образца, разрезанного вдоль плоскости (100)? была смазанной, размытой. На гранях образца отсутствовали как фигуры роста, так и фигуры травления, а также четко выраженные структурные составляющие (рисунок 1а)/

На плоскости (110) хорошо видны впадины треугольной формы (рисунок 1 б), образовавшиеся при росте кристалла. Поверхность разрезанного лазерным излучением кристалла имеет смазанную структуру со следами напылов. Хорошо видны трещины, образовавшиеся в процессе резки. В отдельных местах поверхности отмечено отслаивание пленки, образовавшейся при лазерной обработке. При наблюдении поверхности под микроскопом заметны дисперсные структурные составляющие размером до 1 мкм, образовавшиеся в процессе резки и имеющие размытую округлую форму, характерную для аморфных структур.

Таким образом, морфология поверхности кристаллов алмаза существенно зависит от относительной ориентации кристаллографических осей кристалла и направления лазерной резки. Наиболее сильные изменения в структуре плоскости реза наблюдаются, когда плоскость обработки параллельна кристаллографической плоскости 111.

На рисунке 2 приведены АСМ исследования по плоскостям реза кристалла алмаза (100), (111), (100): отчетливо видна структура поверхности, состоящая из выступов-гранул со средними латеральными размерами 1 мкм., Ra - шероховатость, Rq - среднеквадратичное отклонение. Размер скана 5370x5370 нм.

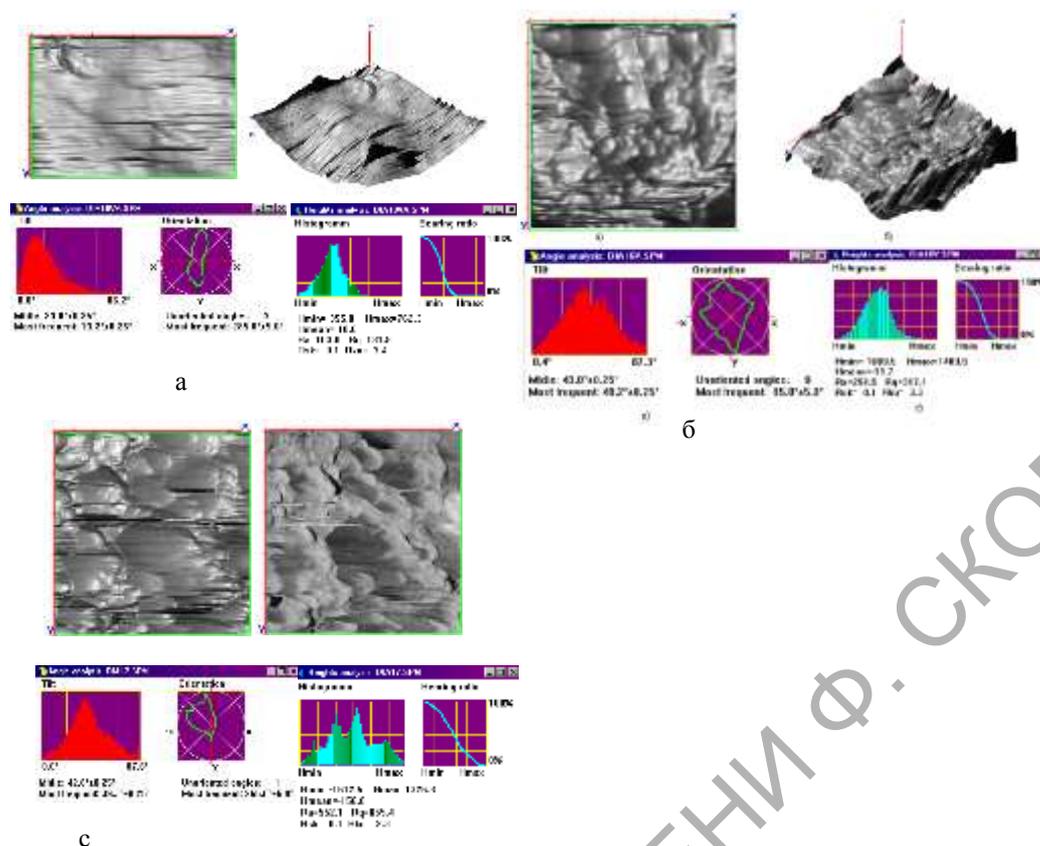


Рисунок 2 – Поверхность кристалла алмаза после лазерной обработки различных кристаллографических плоскостях а-100, б-111, с-110 интенсивность КЛ, отн.ед.

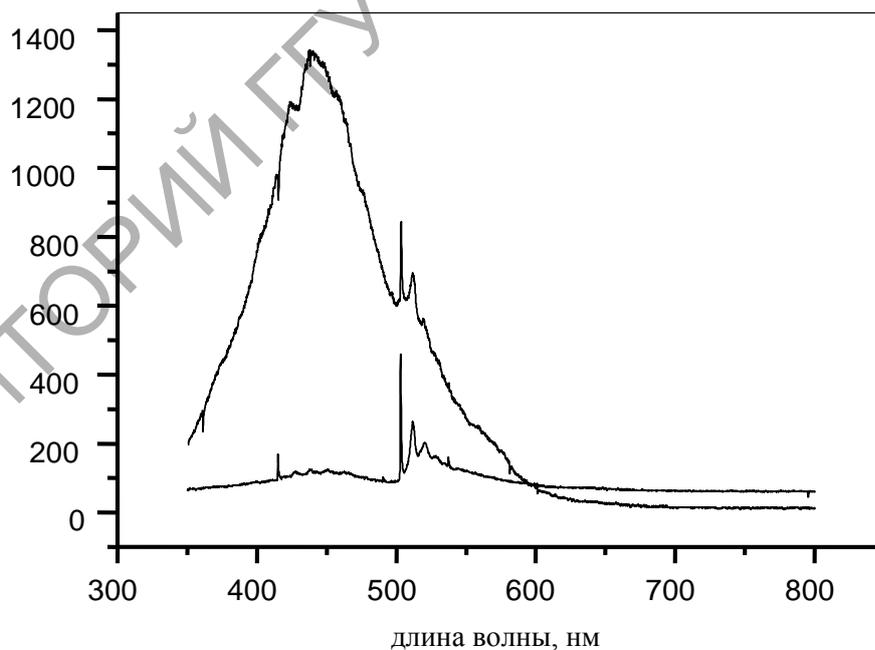


Рисунок 3 – Спектры КЛ природных алмазов? содержащих центры N3

Проведенные исследования структуры показывают, что интенсивность люминесценции в нерасколовшихся кристаллах ниже, чем в расколовшихся. Данный факт можно объяснить большой концентрацией азота, который обладает тушающим действием на люминесценцию. Именно этот дисперсный азот, неактивный в катодолуминесценции (С-дефекты), реги-

стрируемый в спектрах ЭПР как парамагнитный центр P1 с g-фактором 2,0027, обеспечил прочность данных кристаллов при лазерной резке.

В спектрах катодолюминесценции ряда исследованных образцов присутствует хорошо известный центр N3, обусловленный дефектом в виде пары замещающих атомов азота и вакансий. Оценка концентрации дефектных центров N3 по интенсивности бесфонной линии на длине волны 503,2 нм показала, что в нерасколовшихся образцах она выше, чем в расколовшихся. Вероятно, такая корреляция обусловлена существованием зависимости, подобной той, которая существует между концентрацией А-дефектов (пары атомов азота) и величиной трещиностойкости алмаза, так как ввиду структурной близости дефектов N3 и А-дефектов, поскольку в состав и тех? и других входят пары замещающих атомов азота.

В спектрах трех образцов присутствовала характерная оптическая система N3 с длиной волны бесфонной линии 415,2 нм (рисунок 4). Отметим, что концентрация дефектов, ответственных за N3-центр (три атома азота и вакансия), в природных алмазах может достигать $4 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$.

Известно также, что этот азотный дефект характерен исключительно для смешанного типа природных алмазов A+B1 или A+C. В чистых типах он не встречается. В двух расколовшихся образцах на ЭПР спектрах парамагнитный азот (С-дефект) не был зарегистрирован. Следовательно, эти алмазы принадлежат к типу A+B1. А в таких алмазах обычно встречаются дефекты B2 (пластинчатые образования в плоскостях (100) алмазной матрицы, линейные размеры которых колеблются в пределах $5 - 10^4$ нм). Более того, поглощение на центре N3 пропорционально интенсивности поглощения B2-агрегатами.

интенсивность КЛ, отн.ед.

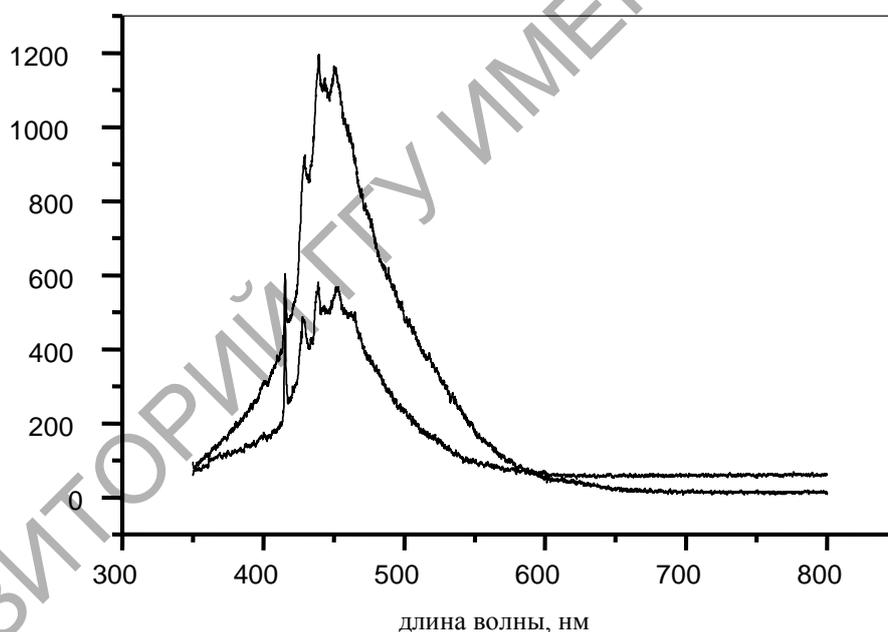


Рисунок 4 – Спектры КЛ природных алмазов? содержащих центры N3

Электронно-микроскопические исследования показали, что при нагревании алмазов свыше 4200°C (по известным данным, вблизи лазерного реза температура решетки достигает 3800°C) вокруг дефектов B2 могут образовываться кольцевые трещины, внутри которых формируется аморфный углерод. Таким образом, можно предположить, что непосредственной причиной разрушения двух описанных образцов явилось образование трещин вокруг пластинчатых дефектов B2.

В то же время, один из образцов не раскололся при лазерной резке, несмотря на присутствие в его спектре центра N3. В отличие от двух других, в данном кристалле присутствовал также парамагнитный азот (С-дефект), что указывает на принадлежность образца к сме-

шанному типу А+С. В таких алмазах дефекты В2, как правило, не встречаются, и приведенные выше рассуждения не имеют силы.

интенсивность КЛ, отн.ед.

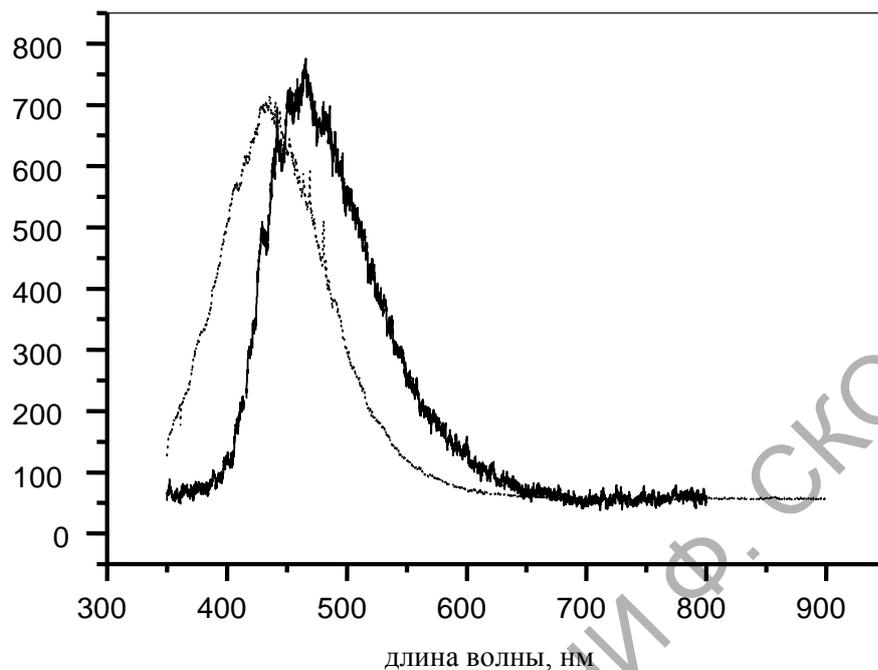


Рисунок 5 Спектры КЛ природных алмазов: сплошная линия - расколовшегося, пунктирная - нерасколовшегося при лазерной резке

В спектре одного из расколовшихся образцов максимум широкой полосы был смещен в длинноволновую область (465 нм вместо 435 нм для большинства исследованных кристаллов, рисунок 5). Сдвиг А-полосы в низкоэнергетическую область обычно связывают с присутствием примеси азота или бора в замещающем положении. Считается, что соотношение концентрации этих примесей и их взаимное расположение оказывают определяющее влияние на спектральные параметры А-полосы. Непосредственной причиной смещения максимума полосы в область больших длин волн является увеличение расстояния между элементами донорно-акцепторной пары близ дислокации. Поскольку в нерасколовшихся образцах подобный сдвиг не наблюдался, можно предположить, что наличие соответствующей примеси могло решающим образом повлиять на прочность кристалла и его раскол.

В результате лазерного облучения откололась вершина у одного из весьма совершенных кристаллов (о его совершенстве можно судить по малой ширине А-полосы и отсутствию дополнительных оптических центров). Причиной скола послужило, вероятно, наличие в данном объеме кристаллической решетки неоднородности по теплопроводящим свойствам.

Экспериментальные исследования показывают, что возможно раскалывание кристаллов в процессе лазерной резки, приводящие к большим потерям дорогостоящего сырья. Проведенные исследования методами катодolumинесценции и ЭПР спектроскопии позволили разработать рекомендации по предварительному отбору кристаллов для последующих операций, связанных с воздействием лазерного излучения. Установлено что не подлежат лазерной обработке природное алмазное сырье при низкой концентрации центров НЗ. При наличии в атомах центров В2 в области высоких температур образуются кольцевые трещины, где формируются аморфный азот. При наличии в спектрах ЭПР сдвига А-полосы в низкоэнергетическую область (465 вместо 435 нм), что является увеличением расстояния между элементами донорно-акцепторной пары в окрестности дислокации вероятно раскалывание кристаллов алмаза.

Abstract. The influence of admixtures and structural heterogeneities on the laser splitting of diamond crystals is considered in the paper. In the course of laser processing of crystals of natural diamond the probability of any splits reaches 10 %. In the paper the morphology and structure of such splits are studied, and practical recommendations about the selection of raw materials for laser processing are developed.

Литература

1. Ретюхин Г.Е. Размерная обработка ювелирных алмазов излучением YAG : ND лазера с модулированной добротностью/Г.Е. Ретюхин, А.Г. Кошечев, И.В. Файн, Е.Б. Шершнеv// Известия НАН РБ, серия физико-технических наук, №1 2001, с 73-77.

2. Хмыль А.А. Исследование процесса лазерной обработки сверхтвердых алмазоподобных монокристаллических материалов/ А.А. Хмыль, Е.Б. Шершнеv, А.Е. Шершнеv// Известия Гомельского государственного университета имени Ф. Скорины, 6 (39), 2006, ч.1, с 156-159

3. Бойкий Г.Б. Природные и синтетические алмазы/ Г.Б. Бойкий, Г.Н. Безруков, Ю.А. Ключев, А.М. Налетов, В.И. Непша// М.: Наука 1986

Гомельский государственный
университет им. Ф. Скорины

Поступило 15.10.08